

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E
CIÊNCIA DOS MATERIAIS

INFLUÊNCIA DO PROCESSO DE FERROXIDAÇÃO NAS
PROPRIEDADES DE FERRO SINTERIZADO

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA PARA A
OBTENÇÃO DE GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS

ROBERTO BINDER

FLORIANÓPOLIS, DEZEMBRO DE 1996

INFLUÊNCIA DO PROCESSO DE FERROXIDAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE FERRO SINTERIZADO

ROBERTO BINDER

**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
MESTRE EM ENGENHARIA**

**ESPECIALIDADE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS E APROVADA EM
SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

Prof. Aloisio Nelmo Klein, Dr. Ing. - ORIENTADOR

Prof. César Vitorio Franco, PhD. - COORDENADOR DO CURSO

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Berend Snoeijer

Prof. Dr. José Arana Varela

Prof. Dr. José Daniel Biasoli de Melo

Msc. Eng. Lainor Driessen

Dr. Ing. Paulo Antônio Pereira Wendhausen.

**TODAS AS MANHÃS DO MUNDO
SÃO
PERDIDAS PARA SEMPRE**

AGRADECIMENTOS

- Ao Professor Aloisio Nelmo Klein pela orientação neste, bem como, em outros trabalhos. Pelo seu exemplo como ser humano e pesquisador, consciente e fomentador de trabalhos em equipe.
- Ao professor Joel L. R. Muzart, nosso “guru” do Plasma, pelos exemplos de tranquilidade e firmeza no desenvolvimento de atividades de pesquisa.
- Ao professor José Daniel Biasoli de Melo, pelo apoio na realização de parte deste trabalho e pela camaradagem.
- À EMBRACO pelo apoio operacional, em especial, as pessoas de Marcos Odainai e Antônio Tadeu Cristofolini, pela amizade.
- À Metal Pó pelo apoio na confecção das amostras.
- Ao CNPq pela bolsa de estudos.
- Aos amigos e amigas do LABMAT, que tornam o local de trabalho um lugar agradável de se estar.

SUMÁRIO

1 - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	1
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA - O PROCESSO DE FERROXIDAÇÃO.....	3
2.1 - INTRODUÇÃO.....	3
2.2 - PROCESSOS FÍSICO-QUÍMICOS E TÉRMICOS.....	4
2.3 - CICLO DE TRATAMENTO.....	9
2.3.1 - Precauções gerais durante o tratamento.....	10
2.4 - A CINÉTICA DA FERROXIDAÇÃO.....	12
2.4.1 - Introdução.....	12
2.4.2 - Variação dimensional.	16
2.4.3 -Influência da densidade inicial.....	20
2.4.4 - Estanqueidade.....	24
2.4.5 - Variação da dureza aparente.....	26
2.5 - CARACTERIZAÇÃO DAS CAMADAS ÓXIDAS.....	32
2.6 - INFLUÊNCIA DOS ELEMENTOS DE LIGA.....	33
2.7 - VARIAÇÃO DO ACABAMENTO SUPERFICIAL.....	34
2.8 - RESISTÊNCIA À CORROSÃO.....	34
2.9 - RESISTÊNCIA AO DESGASTE.....	36
2.9.1 - Coeficiente de atrito quando a deformação é Elástica.....	37
2.9.2 - Coeficiente atrito quando a deformação é Plástica.....	43
2.9.3 - Considerações Finais.....	47
2.10- PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	48
2.10.1 - Módulo de Young ou Módulo de Elasticidade. (E).....	48
2.10.2 - Ensaio de tração.....	48
2.10.3 - Ensaio de ruptura transversal.....	53
2.10.4 - Ensaio de fadiga.....	55
2.11 - CONSIDERAÇÕES FINAIS DA REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	56
3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E ANÁLISE DOS PÓS UTILIZADOS.....	57
3.1 - APRESENTAÇÃO.....	57

3.2 - INTRODUÇÃO.....	57
3.3 - CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA.....	58
3.3.1 - Propriedades físicas.....	58
3.3.2 - Propriedades tecnológicas.....	62
3.4 - COMPACTAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	65
3.5 - SINTERIZAÇÃO.....	67
3.6 - FERROXIDAÇÃO.....	68
3.7 - CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	68
3.8 - ENSAIOS MECÂNICOS.....	68
3.8.1 - Ensaio de dureza.....	68
3.8.2 - Ensaio de tração.....	68
3.9 - ENSAIO DE ADESIVIDADE DA CAMADA - ESCLERÔMETRIA.....	69
3.9.1 - Apresentação.....	69
3.9.2 - Breve descrição da técnica esclerométrica.....	69
3.9.3 - Testes de adesividade.....	72
4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	74
4.1 - CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	74
4.1.1 - Amostras sinterizadas.....	74
4.1.2 - Caracterização das amostras após ferroxidação.....	77
4.1.3 - Análise comparativa entre as amostras.....	82
4.2 - ENSAIO DE DUREZA.....	82
4.3 - ENSAIO DE TRAÇÃO.....	90
4.3.1 - Limite de resistência à tração.....	90
4.3.2 - Alongamento.....	96
4.3.4 - Análise de fratura.....	101
4.4 - TESTES DE ADESIVIDADE DE CAMADAS – ESCLERÔMETRIA.....	111
4.4.1 - Parâmetros esclerométricos - Dureza ao risco.....	111
4.4.2 - Análise das superfícies deformadas - Riscos.....	113
4.4.3 - Considerações finais.....	118
5 - CONCLUSÕES.....	120
6 - SUGESTÕES.....	121
BIBLIOGRAFIA.....	122

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de equilíbrio Fe - O ₂ (HANSEN, M., 1958).....	6
Figura 2 - Diagrama de equilíbrio entre Fe/Fe ₃ O ₄ em função da pressão parcial de H ₂ O.(BOCCHINI, G., F. , 1983).....	7
Figura 3 - Diagrama de equilíbrio Fe/ Fe ₃ O ₄ para valores maiores da relação K. (BEISS, P., 1990).....	8
Figura 4 - Ciclo típico do tratamento de ferroxidação. (ORZESKE,P., J., et al., 1987).....	9
Figura 5 - Taxa de ganho em peso da camada superficial em função do tempo de tratamento. (GALLO, A., et al. , 1988).....	13
Figura 6 - Variação da densidade em função do tempo de tratamento. (GALLO, A., et al. , 1988).....	14
Figura 7 - Variação do ganho em peso em função da temperatura e do tempo de ferroxidação. (GALLO, A., et al. , 1988).....	15
Figura 8 - Espessura da camada superficial em função da temperatura (a) e do tempo (b) de ferroxidação. (BEISS, P., 1990).....	19
Figura 9 - Variação do ganho em peso em função da temperatura (a) e da densidade inicial (b). (BEISS, P., 1990).....	21
Figura 10 - Variação da densidade em função do tempo, temperatura e densidade inicial. (RAZAVIZADEH, K., et al., 1979).....	23
Figura 11 - Estanqueidade em função do ganho em peso. (Sumitomo Eletric, 1982).....	25
Figura 12 - Variação da dureza em função da densidade inicial e do tempo de tratamento para Fe ₃ O ₄ . (MOLINARI, A., et al 1986).....	27
Figura 13 - Variação da profundidade de penetração do óxido em função da densidade e temperatura (a); Perfil de dureza em função da profundidade para várias densidades (b). (BEISS, P., 1990).....	29

Figura 14 - Variação da dureza em função do tempo, temperatura e densidade inicial. (RAZAVIZADEH, K., et al., 1979).....	31
Figura 15 - Modelo do contato entre uma aspereza rígida, cilíndrica e estacionária e uma camada deslizante. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986).....	39
Figura 16 - Coeficientes de atrito teóricos versus a relação entre a espessura da camada e a metade da largura de contato da aspereza (e/a). (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986).....	41
Figura 17 - Mecanismos de falha de camadas óxidas. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986).....	46
Figura 18 - Limite de resistência a tração versus o ganho de peso após a ferroxidação. (LEDoux, L., et al., 1990).....	49
Figura 19 - (a): Variação do Limite de resistência a tração em função do ganho em peso.(b): Variação do Limite de resistência a tração e do Limite Elástico em função da temperatura de ensaio.(BEISS, P., 1990).....	52
Figura 20 - (a): Limite de ruptura transversal versus a densidade antes e após a ferroxidação. (b): Limite de ruptura transversal para amostras recompactadas. (BEISS, P., 1990).....	54
Figura 21 - Limite de fadiga versus o ganho em peso. (VÁRIOS AUTORES, 1990).....	55
Figura 22 - Morfologia do pó atomizado (MEV).....	58
Figura 23 - Morfologia do pó reduzido (MEV).....	59
Figura 24 - Distribuição por frequência de tamanho das partículas.....	61
Figura 25 - Curva de compactabilidade dos pós de ferro.....	64
Figura 26 - Geometria e dimensões dos corpos de prova tipo cotonete.....	65
Figura 27 - Esquema da região do ensaio de adesividade.....	71
Figura 28 - Perfil da trajetória do indentador em cada ensaio (risco).....	72
Figura 29 - Exemplo característico dos resultados fornecidos pelo esclerômetro, para as cargas aplicadas.....	73

Figura 30 - Microestrutura das amostras após sinterização.(MEV)	
a)reduzido baixa densidade; b)reduzido média densidade;	
c)atomizado. baixa densidade; d)atomizado média densidade;	
e)atomizado alta densidade.....	76
Figura 31 - Microestrutura das amostras ferroxidadas. (MEV)	
a)reduzido baixa densidade; b)reduzido média densidade;	
c)atomizado baixa densidade; d)atomizado média densidade	
e)atomizado alta densidade.....	79
Figura 32 - Porcentagem em área das fases das amostras	
ferroxidadas.....	81
Figura 33 - Dureza aparente das amostras produzidas com o pó	
atomizado.....	84
Figura 34 - Dureza aparente das amostras produzidas com o pó	
reduzido.....	85
Figura 35 - Comparação da dureza das amostras em função do tipo de	
pó utilizado e da densidade, nos estado após sinterização e	
após ferroxidação.....	86
Figura 36 - Diferença percentual das durezas comparado-se	
os dois pós.....	87
Figura 37 - Aumento relativo da dureza após a ferroxidação.....	88
Figura 38 - Curvas de tendências para a dureza em função	
da densidade.....	89
Figura 39 - Limite de Resistência das amostras produzidas com o	
pó atomizado.....	91
Figura 40 - Limite de Resistência das amostras produzidas com o	
pó reduzido.....	92
Figura 41 - Comparação da limite de resistência a tração das amostras,	
em função do tipo de pó e da densidade, no estado	
sinterizado e ferroxidado.....	93
Figura 42 - Aumento relativo do limite de resistência à tração.....	94

Figura 43 - Aumento relativo da resistência em função do ganho em peso.....	95
Figura 44 - Alongamento das amostras produzidas com o pó atomizado.....	97
Figura 45 - Alongamento das amostras produzidas com o pó reduzido.....	98
Figura 46 - Perda relativa de alongamento das amostras após a ferroxidação.....	99
Figura 47 - Perda relativa do alongamento em função do ganho em peso.....	100
Figura 48 - Aspectos das fraturas das amostras sinterizadas.(MEV) Pó reduzido (dens.): a) baixa; b) média Pó atomizado (dens.): c) baixa; d) média; e) alta.....	102
Figura 49 - Aspectos das fraturas das amostras sinterizadas (MEV). Pó reduzido (dens.): a) baixa; b) média Pó atomizado (dens.): c) baixa; d) média; e) alta.....	103
Figura 50 - Detalhes das superfícies fraturadas nas amostras sinterizadas(MEV). Pó reduzido: a) e b) Pó atomizado: c) e d).....	104
Figura 51 - Aspectos das fraturas das amostras ferroxidadas(MEV). Pó reduzido (densidade): a) baixa; b) média Pó atomizado (densidade): c) baixa; d) média; e) alta.....	106
Figura 52 - Aspectos das fraturas das amostras ferroxidadas(MEV). Pó reduzido (densidade): a) baixa; b) média Pó atomizado (densidade): c) baixa; d) média; e) alta.....	107
Figura 53 - Detalhes das fraturas das amostras ferroxidadas (MEV).....	108
Figura 54 - Trincamento e deslocamento da camada superficial de ferrox na lateral dos corpos de prova (MEV). Pó reduzido (densidade): a) baixa; b) média ; Pó atomizado (densidade): c) baixa; d) média; e) alta.....	110

Figura 55 - Dureza ao Risco em função do nível de densidade das amostras e do tipo de pó de ferro utilizado.....	112
Figura 56 - Visão geral dos aspectos das regiões deformadas pelo indentador esférico (MEV).....	114
Figura 57 - Detalhe evidenciando o desgaste da camada de ferrox onde se poderia imaginar o seu deslocamento (MEV). (a) elétrons retro-espalhados; (b) elétrons secundários.....	115
Figura 58 - Regiões da interface risco-superfície das amostras ferroxidadas(MEV).....	117

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Distribuição granulométrica do pó atomizado.....	60
Tabela 2: Distribuição granulométrica do pó reduzido.....	60
Tabela 3: Diâmetro médio do tamanho das partículas.....	61
Tabela 4: Escoabilidade e densidade aparente dos pós sem o lubrificante.....	63
Tabela 5: Escoabilidade e densidade aparente dos pós com o lubrificante.....	63
Tabela 6: Massa das amostras sinterizadas em cada nível de densidade.....	75
Tabela 7: Densidade das amostras sinterizadas em cada nível dedensidade.....	75
Tabela 8: Massa das amostras ferroxidadas em cada nível de densidade.....	77
Tabela 9: Densidade real das amostras ferroxidadas em cada nível de densidade.....	78
Tabela 10: Percentual em área da porosidade das amostras ferroxidadas.....	80
Tabela 11: Percentual em área da fase óxida das amostras ferroxidadas.....	80
Tabela 12: Resumo das características das amostras.....	82
Tabela 13: Dureza aparente das amostras sinterizadas.....	83
Tabela 14: Dureza aparente das amostras ferroxidadas.....	83
Tabela 15: Limite de resistência à tração das amostras sinterizadas.....	90
Tabela 16: Limite de resistência à tração das amostras ferroxidadas.....	91
Tabela 17: Alongamento das amostras sinterizadas.....	96
Tabela 18: Alongamento das amostras ferroxidadas.....	97
Tabela 19: Resultados da Dureza ao Risco das amostras ferroxidadas.....	112

GLOSSÁRIO

- 1 - Steam treatment, steam oxidation, steam blackning: Oxidação a vapor, ferroxidação
- 2 - Anti-galling: anti escoriação (dano superficial)
- 3 - Fretting : mecanismo de desgaste (adesivo)
- 4 - Dimples: Cavidade característica observada em uma fratura dúctil.
- 5 - Neck: (pescoço): continuidade de matéria entre duas partículas de pó metálico compactado, que se forma durante o processo de sinterização.

RESUMO

A ferroxidação ou tratamento a vapor é um processo termoquímico largamente utilizado na indústria de componentes ferrosos sinterizados, com o objetivo de melhorar suas propriedades, tais como: resistência ao desgaste, resistência à corrosão, resistência à compressão e promover o selamento da rede comunicante de poros.

Neste trabalho realizou-se um estudo com o objetivo de avaliar a influência do processo de ferroxidação sobre o limite de resistência à tração, o alongamento, a dureza aparente e a adesividade da camada superficial, de componentes sinterizados em ferro puro.

Tomando-se como material dois tipos de pó de ferro, um atomizado (ANCOR 1000C) e outro reduzido (ANCOR MH-100), produziu-se corpos de prova do tipo “cotonete” (MPA), em diferentes níveis de densidade. As amostras foram sinterizadas e ferroxidadas em condições industriais.

Através dos resultados obtidos constatou-se que os níveis de oxidação atingido pelas amostras é função de sua densidade inicial e do tipo de pó de ferro utilizado.

O limite de resistência a tração e a dureza aparente aumentam em todas as densidades ensaiadas, independente do tipo de pó de ferro. O alongamento tem seus valores severamente reduzidos após a ferroxidação.

As amostras de média densidade produzidas com o pó de ferro atomizado (ANCOR 1000C), apresentaram os melhores resultados quanto a adesividade da camada superficial.

ABSTRACT

The steam treatment is broadly a process thermochemical used in the industry of components ferrous sinterizados, with the objective of improving its properties, such as: resistance to the wear, resistance to the corrosion, resistance to the compression and to promote the sealing of the communicating net of pores.

In this work it was made a study with the objective of evaluating the influence of the steam treatment process on the resistance limit to the traction, the prolongation, the apparent hardness and the adhesiveness of the superficial layer, of component sinterizados in pure iron.

Using as material, two types of powder of iron, an atomized (ANCOR 1000C) and another reduced (ANCOR MH-100), it was produced bodies of test of the type "swab " (MPA), in different density levels. The samples were sinterizadas and steam treatment in industrial conditions.

Through the obtained results it was verified that, the level of oxidation of the samples is function of your initial density and of the type of powder of used iron.

The resistance limit to the traction and the apparent hardness increase in all the rehearsed densities, independent of the type of powder of iron. The prolongation has your values severely reduced after the steam oxidation

The samples of medium density produced with the powder of atomized iron (ANCOR 1000C), presented the best results as the adhesiveness of the superficial layer.

1 - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.

A oxidação a vapor ou Ferroxidação é um processo largamente utilizado na indústria de componentes sinterizados (Metalurgia do Pó), na qual é tido como um processo secundário.

Considerando somente a fabricação de compressores herméticos para refrigeração, pode-se estimar em mais de 60 milhões de componentes sinterizados submetidos ao processo de ferroxidação por ano.

A Ferroxidação, que consiste em uma oxidação controlada do componente sinterizado, é aplicada com o objetivo de selar a sua porosidade, proporcionando-lhe estanqueidade, bem como aumentar sua resistência ao desgaste superficial, quando trata-se de um mancal. Estes resultados são obtidos a um custo muito atrativo, principalmente se comparado a outros processos de selamento de porosidade, como a infiltração com cobre, por exemplo.

A oxidação do componente sinterizado, além de propiciar a sua estanqueidade e a maior resistência ao desgaste, altera significativamente suas propriedades mecânicas. A rede de óxido que se forma em toda a seção do componente, preenchendo seus poros e canais comunicantes, bem como, no entanto com menor influência, em sua superfície, atua como uma espécie de “esqueleto”. Portanto, após a ferroxidação o componente metálico (normalmente ferro puro) assume características de um composto metal-cerâmica(óxido) e suas características estruturais passam a ser função da combinação destas duas fases.

A quantidade de óxido presente no componentes após a ferroxidação, bem como sua distribuição espacial, pode variar em função de parâmetros do processo (tempo e temperatura), bem como, da quantidade, tamanho e distribuição dos poros e canais comunicantes presentes no componente sinterizado, antes da ferroxidação. A combinação deste fatores causarão maior ou menor variação nas propriedades mecânicas do componente, que são comandadas pela quantidade e distribuição do óxido na matriz metálica.

Se as condições de ferroxidação forem mantidas constantes, as características da porosidade (quantidade, tamanho e distribuição) do componente

sinterizado, serão os principais fatores a afetar a quantidade de óxido presente no componente, e conseqüentemente suas propriedades finais.

Os dois principais fatores que levam a variação da porosidade e sua distribuição em um componente sinterizado, são a pressão de compactação, aplicada na consolidação do pó de ferro, e o tipo de pó de ferro utilizado (atomizado ou reduzido).

Nesta dissertação, foi realizado um estudo experimental que objetiva a quantificação das variações das propriedades mecânicas de ferro puro sinterizado submetido ao processo de ferroxidação.

As propriedades mecânicas foram avaliadas em corpos de prova de tração. O processo de ferroxidação foi mantido constante, em condições de tratamento industriais (as amostras foram tratadas em um forno contínuo industrial), variando-se as condições do sinterizado. Foram utilizados dois tipos de pó de ferro, um obtido por atomização e outro por redução. A variação da porosidade foi obtida pela variação das cargas de compactação.

No capítulo 2, apresentamos a revisão bibliográfica sobre o tema.

No capítulo 3, os procedimentos experimentais utilizados no trabalho.

No capítulo 4, os resultados e discussões.

No capítulo 5, as conclusões obtidas com esta dissertação.

No capítulo 6, apresentamos as sugestões para continuidade do trabalho.

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA - O PROCESSO DE FERROXIDAÇÃO.

2.1 - INTRODUÇÃO.

As propriedades físicas de peças ferrosas sinterizadas podem ser melhoradas por um processo econômico e versátil, que vem sendo usado há mais de 40 anos, e que pode ser visto como uma operação secundária na indústria de peças sinterizadas: o tratamento a vapor (steam treatment, steam oxidation, steam blackning), também chamado de ferroxidação.

Os principais benefícios trazidos por este processo são: (PEASE III, L. F et al., 1988; RAZAVIZADEH, K. et al., 1979; BOCCHINI, G., F. et al., 1983; EGGLESTON, J., H. et al., 1982; FRANKLIN, P. et al., 1977)

- Aumento da dureza e densidade das peças.
- Aumento da resistência à compressão.
- Aumento da resistência à corrosão.
- Melhoria da resistência ao desgaste, escoriação (“anti-galling”) e ao “fretting” adesivo.
- Selamento da porosidade interligada, conferindo estanqueidade à peça.
- Obtenção de um excelente acabamento superficial com a redução da rugosidade inicial.
- O aumento das dimensões das peças em função da camada de óxido externa não é problemática, sendo facilmente compensada no projeto do componente.

De maneira geral, como desvantagens da ferroxidação pode-se citar o decréscimo:

- Da resistência ao impacto.
- Da ductilidade.

O processo é aplicado principalmente em peças sinterizadas de baixa e média densidade ($5.4 - 7.0 \text{ g/cm}^3$). Como nestas peças existe uma rede de poros

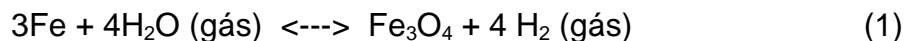
comunicantes, um fluxo de gás pode passar através de toda sua seção. Então, quando se faz passar um fluxo de vapor de água superaquecido pelas mesmas, uma camada de óxido de ferro se forma nas paredes da rede de poros comunicantes, bem como sobre a superfície externa da peça. A camada óxida obtida desta forma é muito aderente e menos propensa a defeitos, como trincas e bolhas, do que óxidos formados ao ar. (RAZAVIZADEH, K. et al., 1979)

A ferroxidação é geralmente realizada em fornos verticais com convecção forçada, os quais são projetados para serem relativamente estanques. Uma ventoinha interna é usada para forçar o vapor a circular, assegurando a exposição uniforme de todas as peças à temperatura e atmosfera de tratamento. (EGGLESTON, J.,H. et al., 1982)

A melhoria das propriedades das peças sinterizadas com a aplicação do processo de ferroxidação é conseguida com baixo investimento de capital, pois os equipamentos não são caros; além disso o custo por peça ferroxidada é baixo.

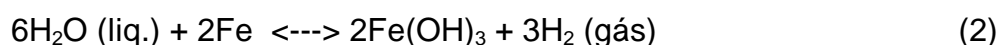
2.2 - PROCESSOS FÍSICO-QUÍMICOS E TÉRMICOS.

O processo de ferroxidação é utilizado para criar uma camada de magnetita, Fe_3O_4 , na superfície e na rede de poros comunicantes de peças ferrosas sinterizadas. Um óxido intermediário, a wustita, FeO , é estável somente acima de 570°C (ver fig. 1 - Diagrama de fases). Acima do ponto de ebulição da água (100°C) e abaixo de 570°C a reação do vapor d'água com o ferro para formar o Fe_3O_4 é: (PEASE III, L. F et al.1988; RAZAVIZADEH, K. et al.1979; GALLO, A. et al. 1988)



Se a temperatura e a atmosfera não forem corretas, pode ocorrer a interferência de duas reações:

a) Se a temperatura estiver abaixo de 100°C , a água líquida pode reagir com o Fe e formar o hidróxido $\text{Fe}(\text{OH})_3$,



Este hidróxido pode então se decompor em hematita, Fe_2O_3



b) Se o ar presente estiver acima de 315°C , outra reação concorrente é favorecida, a qual leva também a hematita,



e então a hidroxila, OH, reage com o Fe dando o hidróxido $\text{Fe}(\text{OH})_3$, que vai formar a hematita Fe_2O_3 , conforme a equação 3.

Quando o forno é purgado e não há a presença de ar acima de 315°C , o vapor reage de acordo com uma rota intermediária preferencial,



o O_2 estará então disponível para reagir com o Fe para formar o Fe_3O_4 ,



Note-se que a equação 1 é a soma das equações 5 e 6.

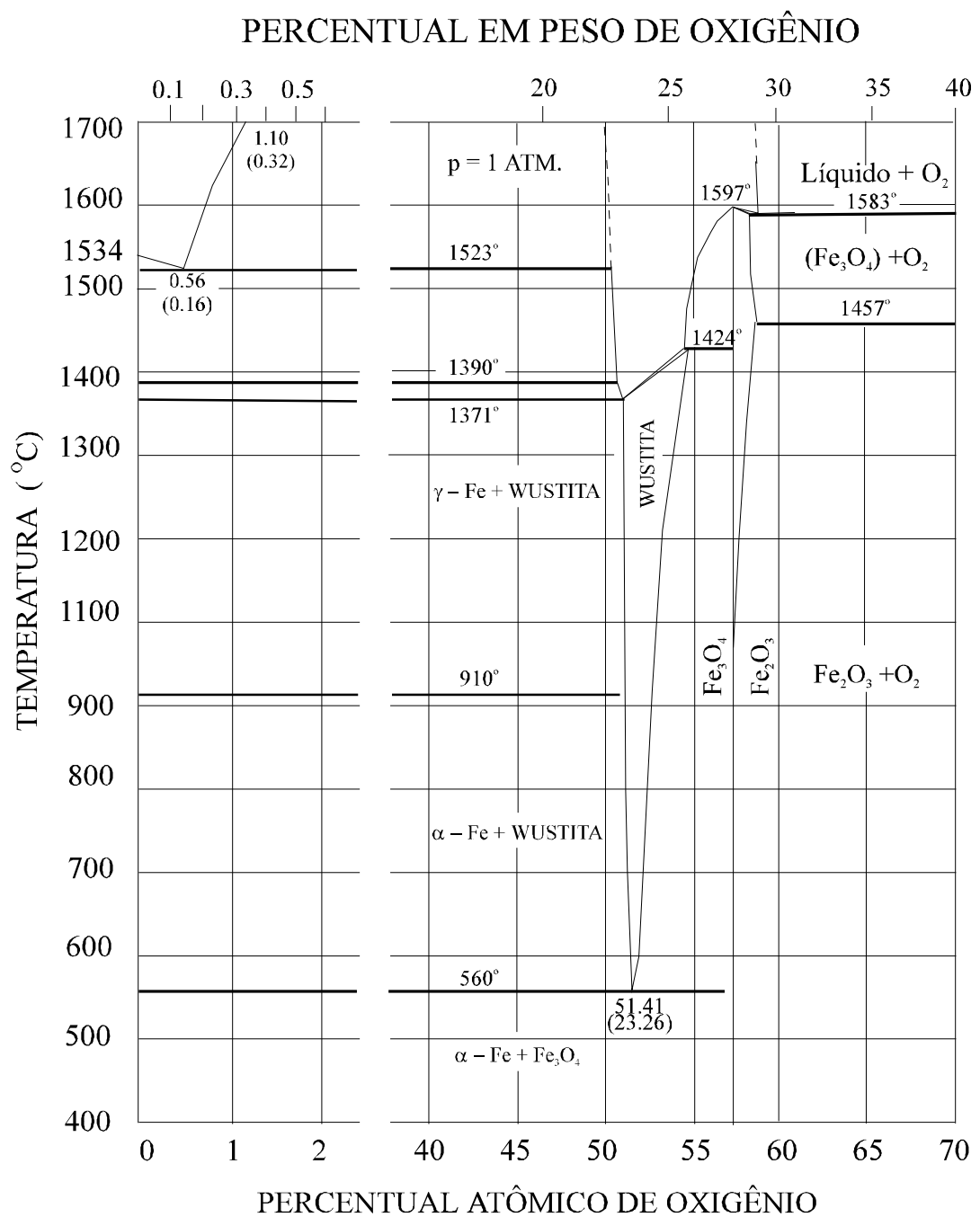


Figura 1 - Diagrama de equilíbrio Fe - O₂ (HANSEN, M., 1958)

A reação de equilíbrio da equação 1 é dada pela constante:

$$K = p(\text{H}_2\text{O}) / p(\text{H}_2) \quad (7)$$

onde: $p(\text{H}_2\text{O})$ - pressão parcial do vapor d'água.

$p(\text{H}_2)$ - pressão parcial do hidrogênio.

Na figura 2 estão representadas as faixas de temperaturas de estabilidade dos óxidos de ferro em função do valor da constante K.

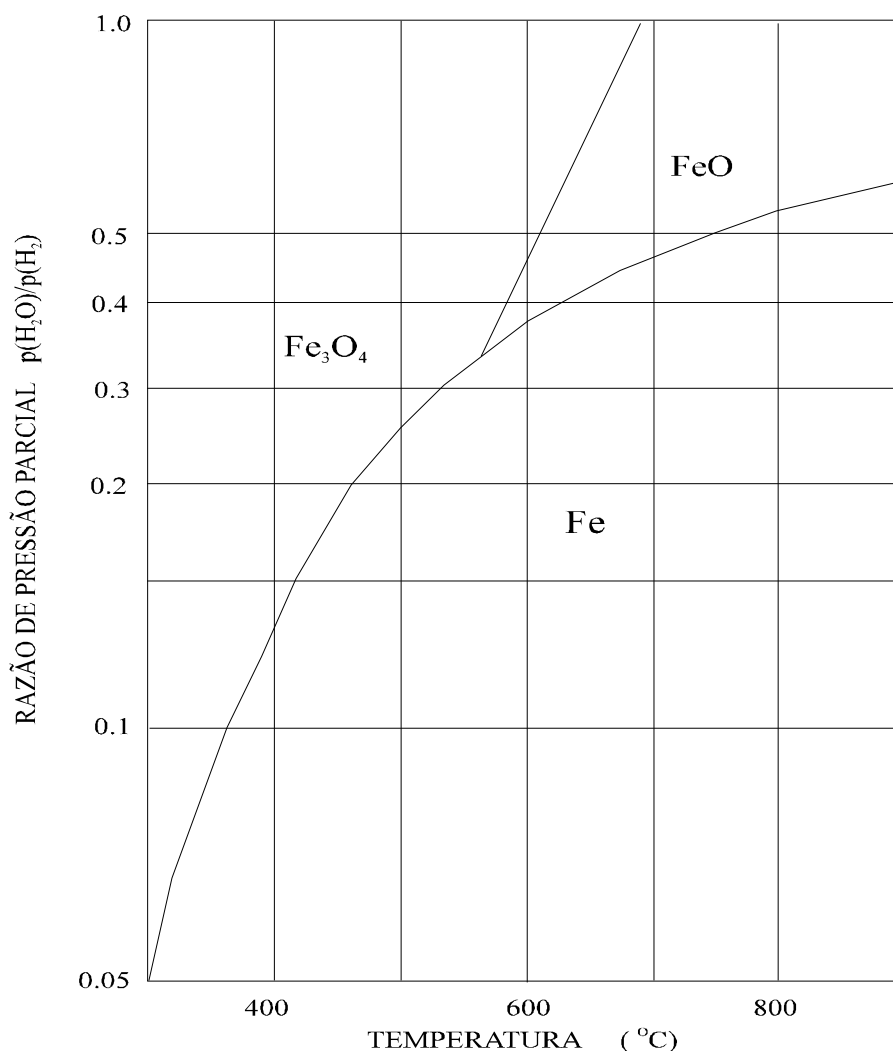


Figura 2 - Diagrama de equilíbrio entre Fe/ Fe_3O_4 em função da pressão parcial de H_2O . (BOCCHINI, G., F., 1983)

Até a temperatura de 570 °C a camada de óxido consiste principalmente de Fe_3O_4 , acima desta temperatura pode ser produzido FeO , ($\text{Fe}_{0,947}\text{O}$), que cresce mais rapidamente do que os outros óxidos, devido a sua estrutura cristalina defeituosa; este óxido se decompõe no eutetóide durante o resfriamento resultando em uma estrutura dupla de Fe_3O_4 e Fe. (RAZAVIZADEH, K., et al., 1979; BOCCHINI, G., F., 1983; BEISS, P., 1990)

A proporção dos dois óxidos na camada resultante depende da taxa de resfriamento, que sendo alta, gera maior retenção de FeO, resultando então uma camada com uma estrutura tripla Fe_3O_4 , FeO e Fe. Estas estruturas não são desejadas por terem uma resistência à corrosão inferior às camadas produzidas abaixo de 570°C , ou seja, Fe_3O_4 . (RAZAVIZADEH, K., et al. 1979; BEISS, P., 1990)

Para um processo seguro e economicamente favorável, o valor da constante K deve ser maior ou igual a 1 ($K \geq 1$).

Como já visto, durante a reação do Fe com o vapor d'água, além do óxido, é gerado hidrogênio como um produto secundário (reação 1 ou 5), e que até a temperatura de 570°C forma-se Fe_3O_4 . No entanto se a pressão parcial de H_2O for muito alta, pode-se formar hematita (Fe_2O_3), mesmo em temperaturas abaixo de 570°C , como pode ser visto na figura 3. A presença deste óxido (Fe_2O_3), é indesejável. (BEISS, P., 1990)

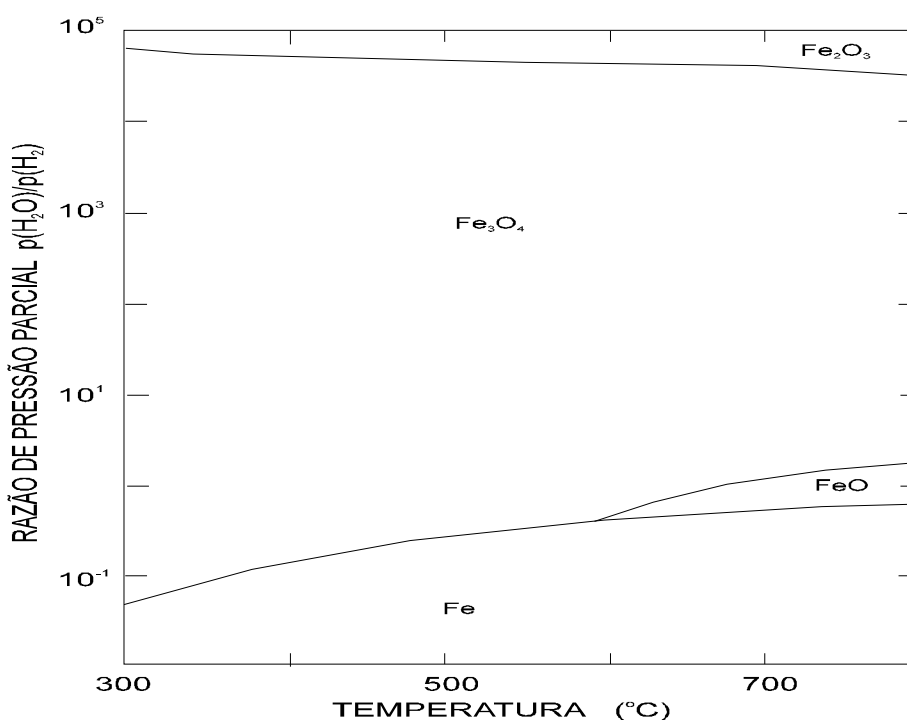


Figura 3 - Diagrama de equilíbrio Fe/ Fe_3O_4 para valores maiores da relação K. (BEISS, P., 1990)

2.3 - CICLO DE TRATAMENTO.

O ciclo típico do tratamento de ferroxidação pode ser visto na figura 4.

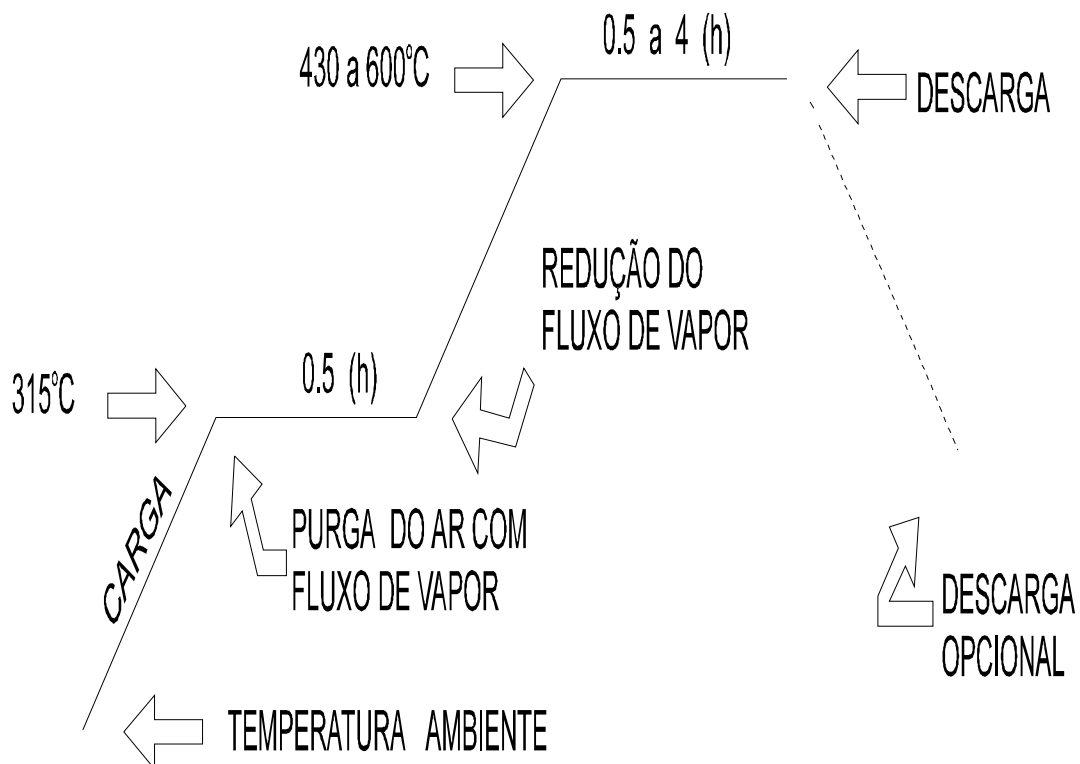


Figura 4 - Ciclo típico do tratamento de ferroxidação.

(ORZESKE, P., J., et al., 1987)

Primeiramente a carga do forno deve ser aquecida acima de 100°C , mas sempre abaixo do ponto crítico de oxidação ao ar e descoloração, ou seja, 427°C . Normalmente é usada a temperatura de 315°C para o primeiro estágio, por um tempo de 15 a 30 minutos, até que todas as peças atinjam esta temperatura, ou pelo menos até que o centro da carga do forno atinja a temperatura mínima de 100°C , para evitar a condensação do vapor sobre as peças.

O fluxo de vapor é então introduzido na câmara do forno com alta taxa (4.5 a 163 Kg/h, dependendo do tamanho do forno) para purgar o ar.

Quando a purga do forno estiver completa, o fluxo de vapor é reduzido à metade e a temperatura é aumentada para valores entre 430 e 600 °C (no limite inferior o óxido produzido tem a cor preta azulada e, no superior, o óxido é cinzento). A carga é então mantida a esta temperatura de 0.5 a 4 horas, dependendo da quantidade de óxido que se deseja.

Após o tempo necessário, a carga é removida do forno, ou é resfriada sob vapor até temperaturas abaixo de 427 °C, para depois removê-la e introduzir nova carga. (ORZESKE, P., J., et al., 1986; ORZESKE, P., J., et al., 1987)

2.3.1 - Precauções gerais durante o tratamento.

Há algumas precauções quanto ao tratamento que devem ser observadas para garantir resultados satisfatórios, principalmente para evitar a formação da hematita.

As principais são: (PEASE III, L. F., et al., 1988; ORZESKE, P., J., et al., 1986; ORZESKE, P., J., et al., 1987)

a) As peças devem estar muito limpas e secas. Quando as peças são usinadas, calibradas, retificadas ou submetidas a operações de rebarbação após a sinterização, torna-se necessário remover todo o lubrificante e a água que tenham ficado retidos nas peças, antes de realizar a sua ferroxidação.

Além de causar a descoloração das peças, a introdução de lubrificantes (hidrocarbonetos) dentro do forno pode provocar explosões, visto que gases combustíveis são liberados durante o aquecimento do forno, misturando-se com o ar e explodindo quando a temperatura de ignição é atingida. Alguns usuários promovem uma purga com nitrogênio, para permitir um aquecimento mais seguro, quando o desengraxamento total não é garantido.

Também é possível realizar um aquecimento das peças em temperatura elevada em uma atmosfera protetora para eliminar os hidrocarbonetos presentes.

Se houver água nas peças, ela irá reagir com o ferro durante o aquecimento do forno, produzindo hematita (reações 2 e 3).

b) O carregamento do forno deve ser feito ao ar, com o forno a 315°C . Deve-se esperar que todas as peças atinjam esta temperatura, ao ar, assegurando-se pois um tempo suficiente para que o centro da carga esteja a uma temperatura acima do ponto de ebulição da água. O ideal, é que toda a carga, alcance os 315°C ; mas o processo é, muitas vezes, acelerado, esperando-se apenas até o centro da carga estar pouco acima de 100°C , para evitar a condensação do vapor d'água e a formação da hematita via reações 2 e 3.

c) O vapor não pode ser introduzido no forno antes que a temperatura de todas as peças esteja no mínimo acima de 100°C , para evitar a formação da hematita.

d) A purga do ar presente no forno deve ser total, antes de se prosseguir com a elevação da temperatura. Também é importante evitar a entrada de ar no forno quando este estiver acima de 427°C . A presença de ar no sistema tende a gerar a hematita via reações 4 e 3.

e) Com relação ao resfriamento das peças, podem ocorrer problemas quando estas contêm de 0.8 a 1.0 % de carbono e a carga do forno é muito densa. Se o resfriamento for feito retirando-se a carga diretamente para o ambiente, o oxigênio do ar pode reagir com o carbono das peças, principalmente no centro da carga; esta reação é exotérmica. O calor gerado pode danificar a aparência das peças, por formar a hematita, e até fundí-las. Isso ocorre principalmente quando for usado pó de ferro reduzido, com poros muito finos, para a confecção das peças. Este problema pode ser evitado realizando-se o resfriamento da carga dentro do forno, na presença do vapor, até a temperatura de 371°C ou menos, antes de removê-la para o ar.

Além deste cuidado particular com peças que contêm carbono, quando peças ferrosas, de uma maneira geral, são removidas diretamente da temperatura de tratamento para o ar, ocorre a tendência à formação da hematita via reações 4 e 3. Isto pode ser evitado resfriando-se a carga até temperaturas inferiores a 427°C dentro do forno e na presença de vapor, antes de removê-las para o ambiente.

f) Podem ocorrer problemas com a geração de hidrogênio durante o processo de ferroxidação. A reação 1 indica que hidrogênio é liberado quando o vapor d'água cede oxigênio para formar o Fe_3O_4 . Se houver uma admissão imprudente de ar

durante o ciclo de tratamento, pode ocorrer a explosão do hidrogênio presente na atmosfera do forno.

Alguns fornos trabalham com uma chama piloto que promove a queima contínua do H_2 que é liberado. Também é recomendado um resfriamento até $315^{\circ}C$ em vapor ou realizar uma purga do forno com nitrogênio, para então remover as peças do forno. A quantidade de hidrogênio na atmosfera depende do fluxo volumétrico do vapor; com um fluxo alto tem-se uma maior diluição do H_2 . Além disso, a quantidade de hidrogênio liberada tende a diminuir com o passar do tempo, juntamente com a taxa de ganho em peso de óxido na peça, o que faz com que a quantidade de H_2 na atmosfera do forno no final do ciclo seja bem menor do que na fase inicial.

2.4 - A CINÉTICA DA FERROXIDAÇÃO.

2.4.1 - Introdução.

Durante a ferroxidação uma camada de óxido, Fe_3O_4 , vai crescendo em todas as superfícies expostas, ou seja, nas paredes da rede interligada de poros e na superfície externa da peça. Com o prosseguimento do tempo, a taxa de formação de óxidos diminui por causa do fechamento dos poros. Quando todos os poros estão fechados o vapor não tem mais acesso ao interior do corpo sinterizado e, a partir deste momento, só a oxidação superficial progride. (GALLO, A., et al. , 1988)

A taxa de crescimento da camada superficial decresce porque a camada de óxido já formada dificulta a difusão do Fe e O atômicos. A figura 5 mostra a taxa de ganho em peso na superfície das peças em função do tempo de tratamento. (GALLO, A., et al. , 1988)

A formação desta camada de óxido, no interior e na superfície das peças, é que leva às mudanças das propriedades da peça sinterizada.

É razoável assumir que a reatividade do vapor, dentro dos poros, decresceria com a distância abaixo da superfície externa, em função da diminuição da proporção H_2O/H_2 e que a taxa de crescimento da camada óxida seria um

tanto maior próximo à superfície. Portanto os poros próximos à superfície, até um dado tamanho, seriam fechados mais rapidamente, e após o fechamento da superfície, a continuidade do processo de ferroxidação produziria muito pouca mudança na porosidade final da peça. A dependência do ganho em peso e da densidade final da peça com relação ao tempo de ferroxidação confirmam tal pressuposto. A figura 6 mostra a variação da densidade em função do tempo para as temperaturas de 520 °C e 650 °C e, a figura 7, a variação do ganho em peso. (GALLO, A., et al. , 1988)

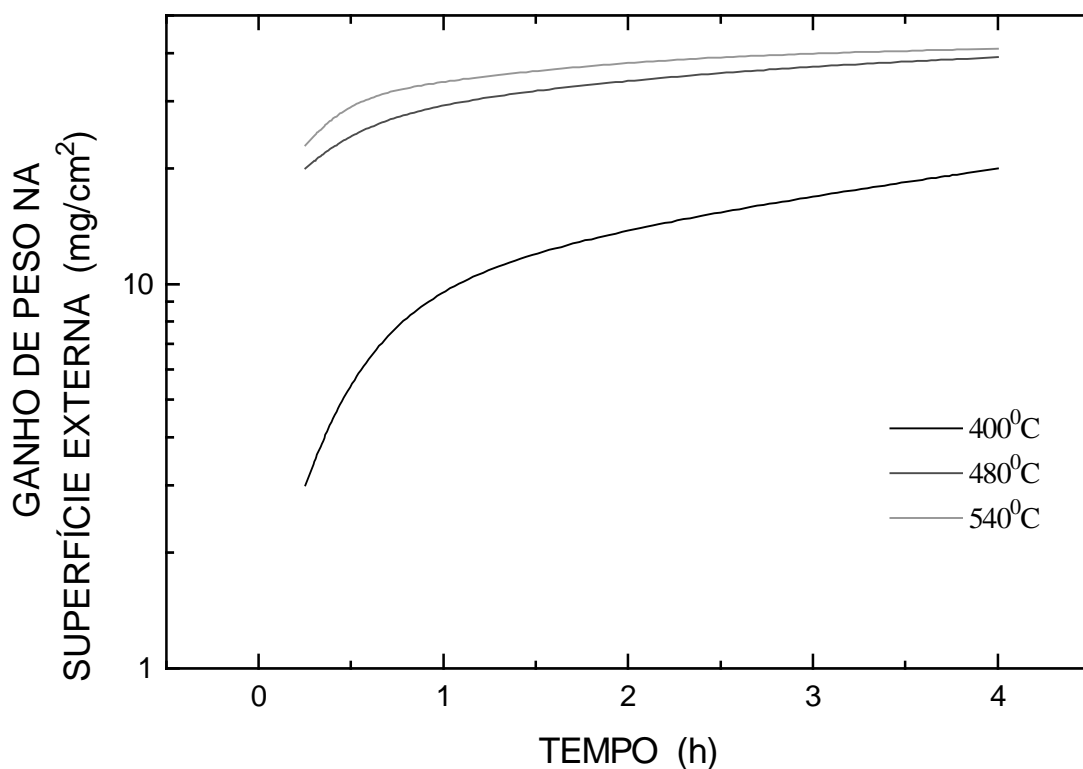


Figura 5 - Taxa de ganho em peso da camada superficial em função do tempo de tratamento. (GALLO, A., et al. , 1988)

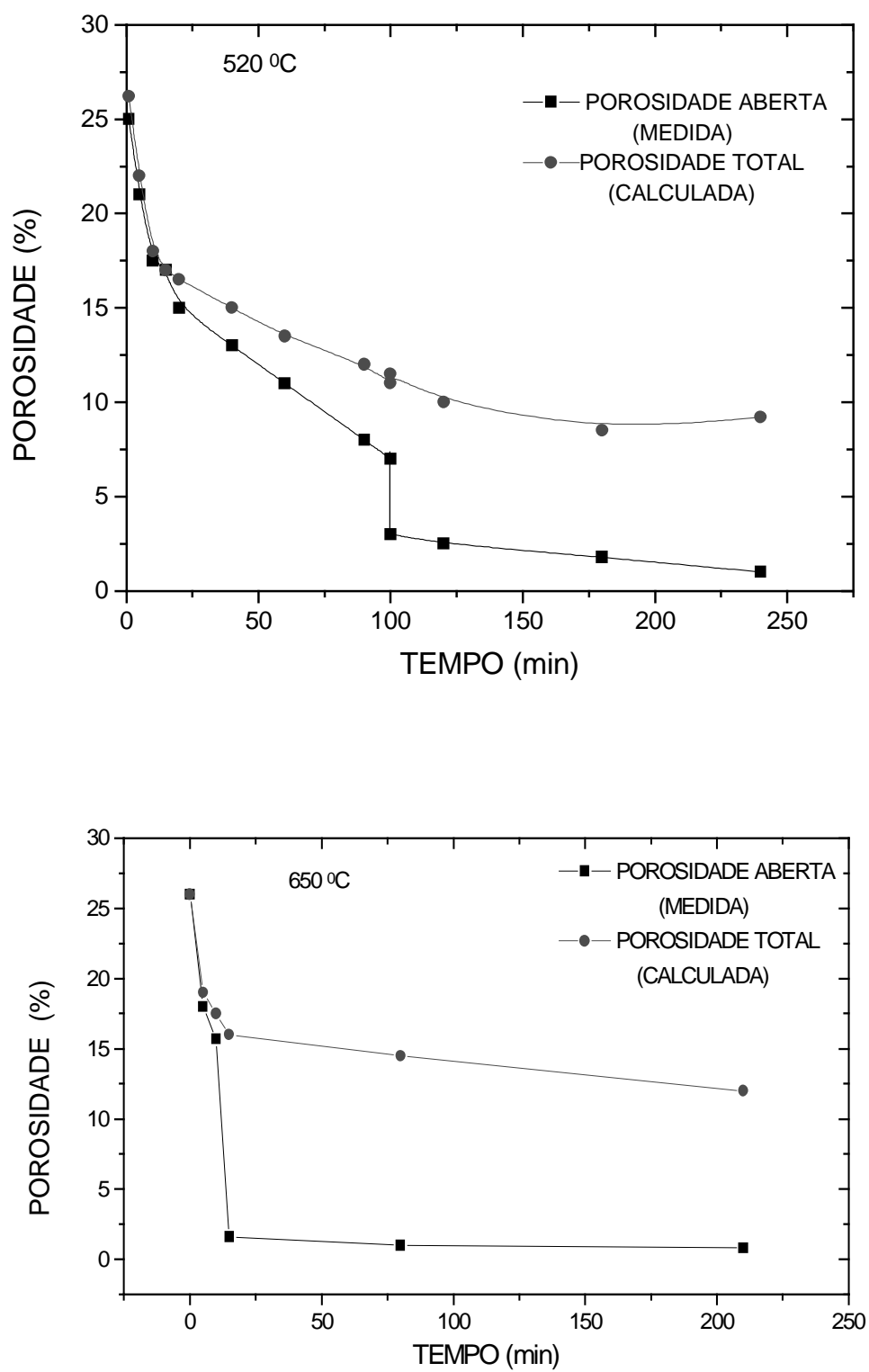


Figura 6 - Variação da densidade em função do tempo de tratamento. (GALLO, A., et al. , 1988)

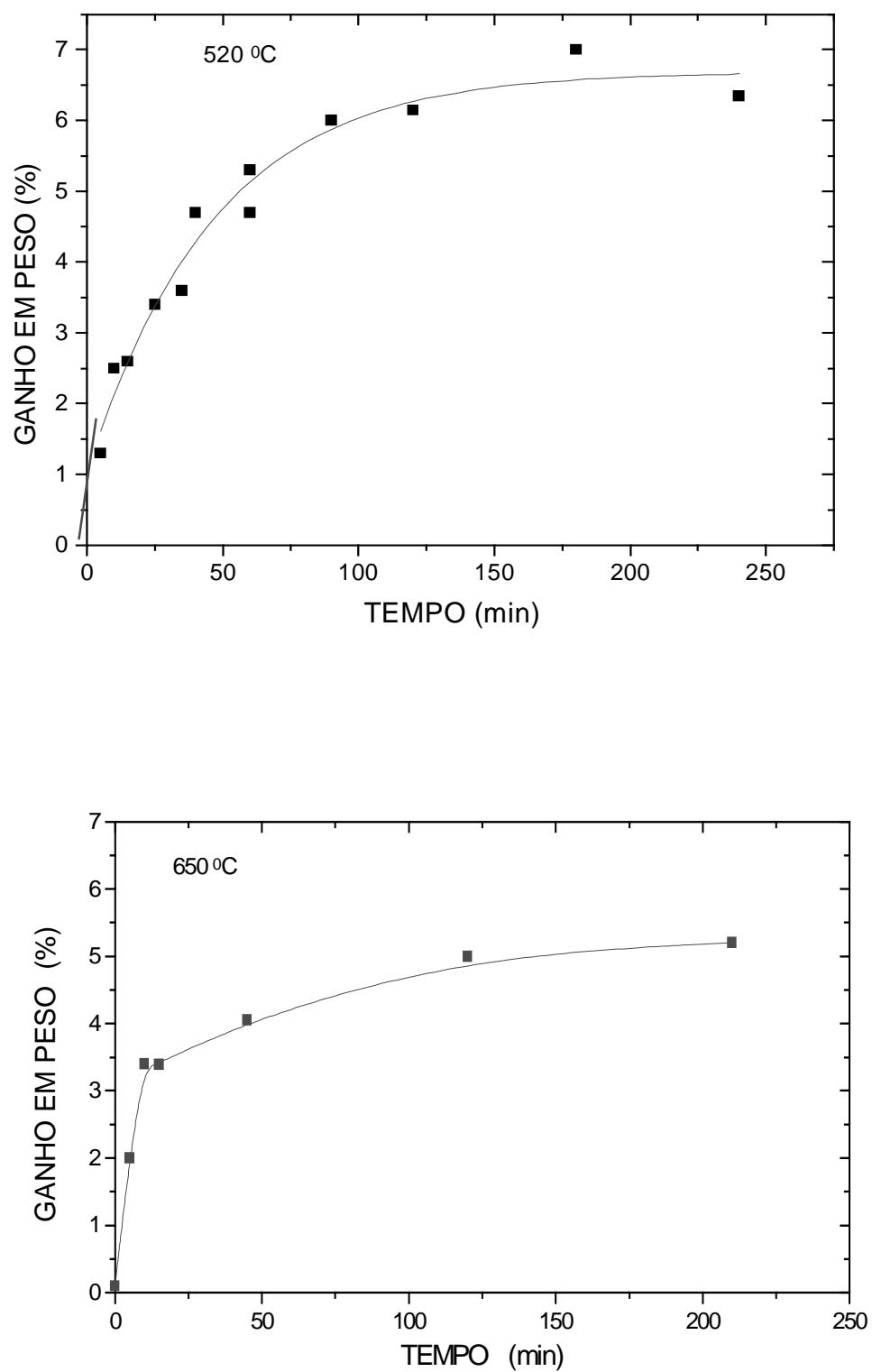


Figura 7 - Variação do ganho em peso em função da temperatura e do tempo de ferroxidação. (GALLO, A., et al. , 1988)

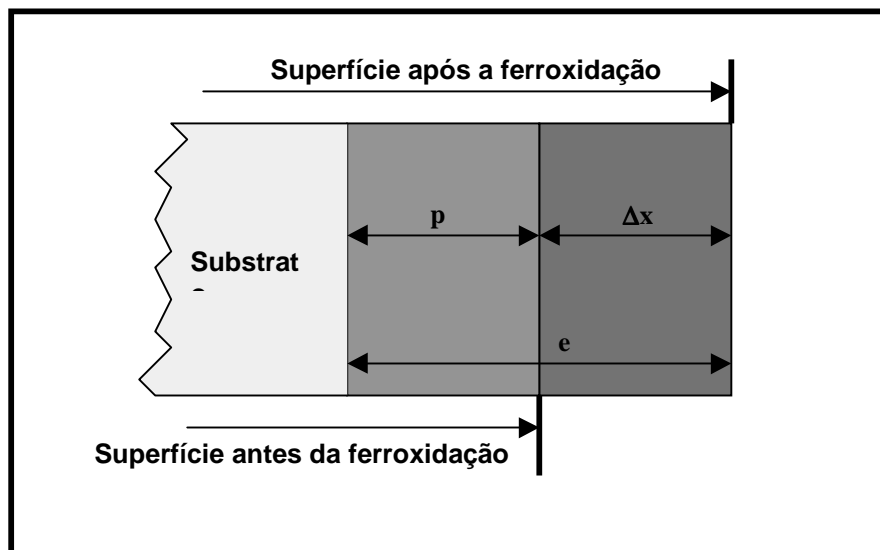
Na figura 6 constata-se uma queda repentina no valor da porosidade, definindo um tempo mínimo crítico para o fechamento dos poros, após o qual a diminuição não é significativa. Para a temperatura de 520 °C, o tempo crítico é em torno de 100 minutos (1:40 h) e a 650 °C este tempo é 12 minutos. (GALLO, A., et al. , 1988)

A tendência à estabilização das curvas da figura 7 refletem a diminuição da área disponível para a oxidação. Após o fechamento dos poros superficiais, a oxidação prossegue somente na superfície externa da peça, além disso, a própria camada já formada torna-se uma barreira à difusão do Oxigênio, o que estabiliza o crescimento do ganho em peso. .(GALLO, A., et al. , 1988)

2.4.2 - Variação dimensional.

A formação da camada externa de óxido altera as dimensões da peça; considerando o esquema abaixo, este aumento pode ser calculado pela equação 8: (BOCCHINI, G., F. , 1983)

$$e = p + \Delta x \quad (8)$$



Onde: **e** - espessura da camada de Fe_3O_4 .

p - profundidade de penetração da camada no substrato.

Δx - variação dimensional causada pela ferroxidação.

Dados: $\rho_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 5.20 \text{ g/cm}^3$ $\rho_{\text{Fe}} = 7.86 \text{ g/cm}^3$

A massa de Fe em toda a camada de óxido em uma dada área A é:

$$M_{\text{Fe}} = A \cdot p \cdot \rho_{\text{Fe}} \quad (9)$$

A massa de óxido será:

$$M_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = A \cdot e \cdot \rho_{\text{Fe}_3\text{O}_4} \quad (10)$$

Quando ocorre a reação $3\text{Fe} + 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4$, o ganho em peso é de 38.2%, portanto a relação entre a massa de ferro e óxido será:

$$M_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 1.382 \cdot M_{\text{Fe}} \quad (11)$$

Então, introduzindo a equação 10 na equação 11, temos:

$$A \cdot e \cdot \rho_{\text{Fe}_3\text{O}_4} = 1.382 \cdot M_{\text{Fe}}$$

$$M_{\text{Fe}} = \frac{A \cdot e \cdot \rho_{\text{Fe}_3\text{O}_4}}{1.382} \quad (12)$$

Isolando p na equação 9 e substituindo a expressão para M_{Fe} da equação 12, obtém-se:

$$p = 0.479 \cdot e \quad (13)$$

Resolvendo o sistema formado pela equação 8 e 13, encontra-se o valor da variação dimensional em uma face da peça, em função da espessura final da camada de Fe_3O_4 (equação 14).

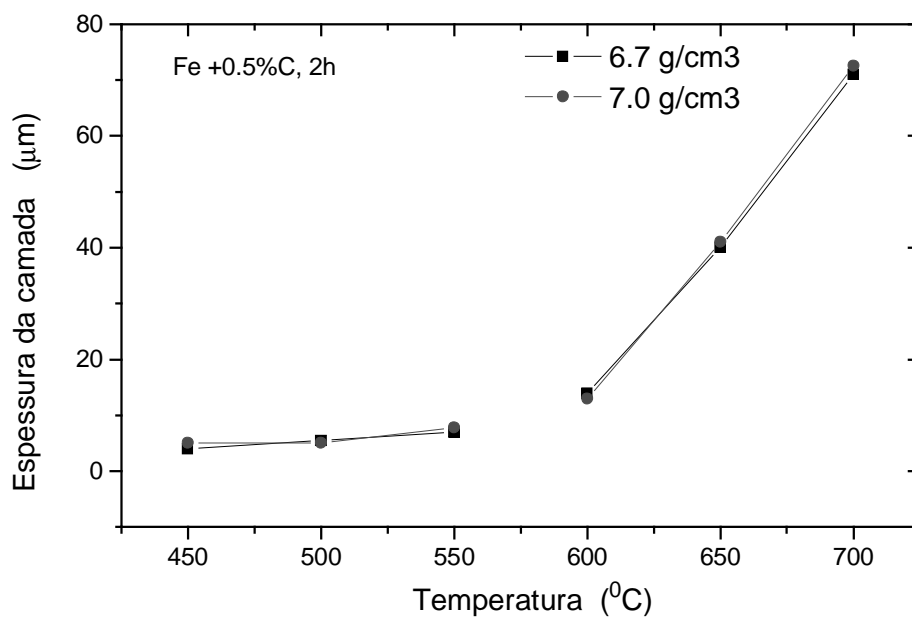
$$\Delta x = 0.521 \cdot e \quad (14)$$

Conclui-se que somente 52% da espessura da camada de Fe_3O_4 contribui para as mudanças das dimensões externas das peças.

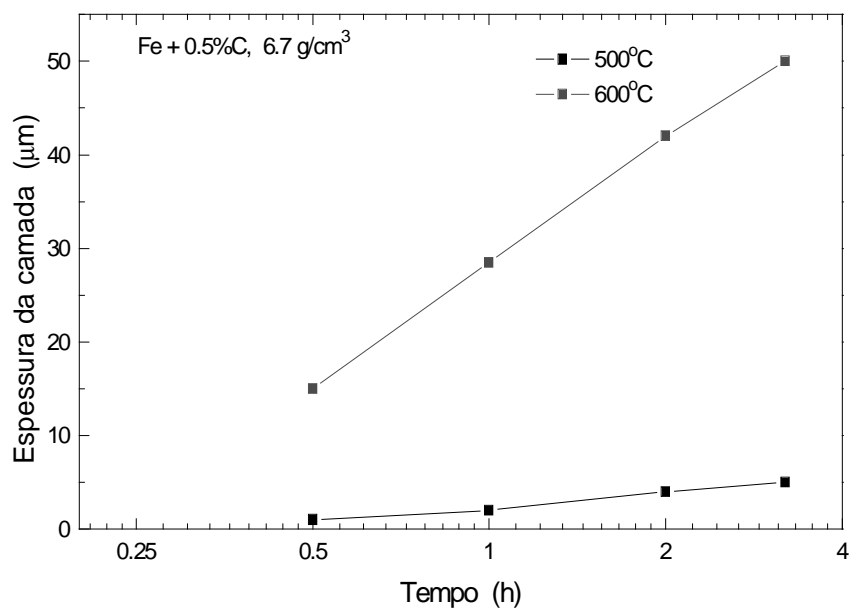
Os diâmetros de furos tornaram-se levemente menores e as seções externas maiores. Estas variações seriam da ordem de grandeza da espessura da

camada formada, considerando duas superfícies opostas. Variações dimensionais acima desta magnitude, normalmente, ocorrem em consequência de alívio de tensões, recuperação e recristalização na microestrutura da região superficial da peça, que sofreu deformação plástica na etapa de calibração.(BOCCHINI, G., F. , 1983; BEISS, P., 1990)

A figura 8 mostra a relação entre a espessura da camada óxida formada com a temperatura e o tempo de tratamento, para uma liga ferrosa com 0.5% de carbono. Observa-se na figura 8(a) que abaixo de 570 °C (Fe_3O_4), a taxa de crescimento da camada é muito pequena, e que acima desta temperatura a camada de FeO formada cresce muito rapidamente com a temperatura. Também se verifica que a densidade inicial das peças, 6.7 e 7.0 g/cm³, não tem efeito sobre o desenvolvimento da espessura da camada superficial. A figura 8(b) mostra a influência do tempo de tratamento para duas temperaturas, 500 e 650 °C, que refletem a formação de Fe_3O_4 e FeO, respectivamente. Percebe-se (fig. 8b) que é necessário em torno de duas horas para obter-se uma camada de Fe_3O_4 (500 °C) com mais de 5 µm, ao passo que a camada de FeO (650 °C) desenvolve-se tão rapidamente, que a obtenção de camadas com 15 µm já é possível em meia hora de tratamento. (BEISS, P., 1990)



(a)



(b)

Figura 8 - Espessura da camada superficial em função da temperatura (a) e do tempo (b) de ferroxidação.

(BEISS, P., 1990)

2.4.3 - Influência da densidade inicial.

As peças sinterizadas podem ser classificadas, quanto à sua densidade, em:

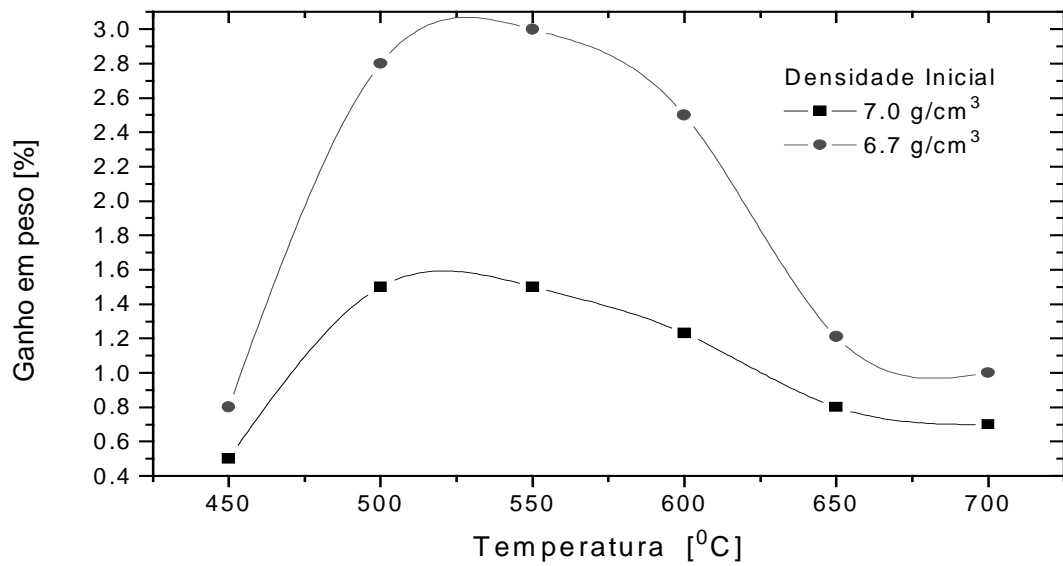
- Baixa densidade : 5.4 a 6.2 g/cm³.
- Média densidade : 6.3 a 7.0 g/cm³.
- Alta densidade : 7.1 a 7.5 g/cm³.

As peças de baixa densidade são as que apresentam as maiores alterações de propriedades após a ferroxidação. Nas peças de média densidade as mudanças são menores, mas são as que apresentam os melhores resultados de estanqueidade, podendo então serem utilizadas em aplicações hidráulicas e pneumáticas. Os ganhos em peças de alta densidade são mínimos, e normalmente, estas não são submetidas à ferroxidação.

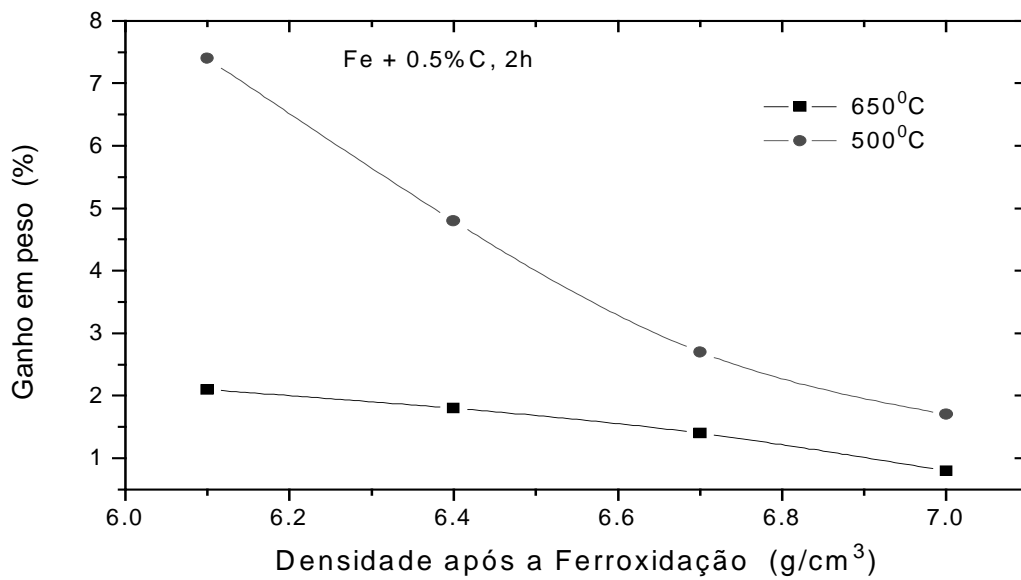
A seguir serão discutidos os aspectos quanto a influência da densidade das peças sinterizadas sobre os resultados do processo de ferroxidação.

Quando a ferroxidação é realizada acima de 570 °C, o FeO formado fecha os poros superficiais num curto período de tempo não permitindo uma maior oxidação dos poros e canais internos das peças, resultando em um menor ganho em peso total. Devido a este fechamento rápido dos poros superficiais para temperaturas mais altas, a curva de ganho em peso versus a temperatura exibe um máximo, como mostra a figura 9(a). (BEISS, P., 1990)

O ganho máximo de densidade causado pela ferroxidação em peças sinterizadas (maior ou menor, em função da densidade inicial), ocorre em temperaturas de tratamento entre 500 e 550 °C. Nesta faixa de temperaturas as camadas de Fe₃O₄ crescem mais lentamente, propiciando maior ganho em peso. Em temperaturas mais altas o FeO fecha os poros superficiais rapidamente, não permitindo a oxidação interna, resultando em um menor ganho em peso, como pode ser visto na figura 9(b). (BEISS, P., 1990)



(a)



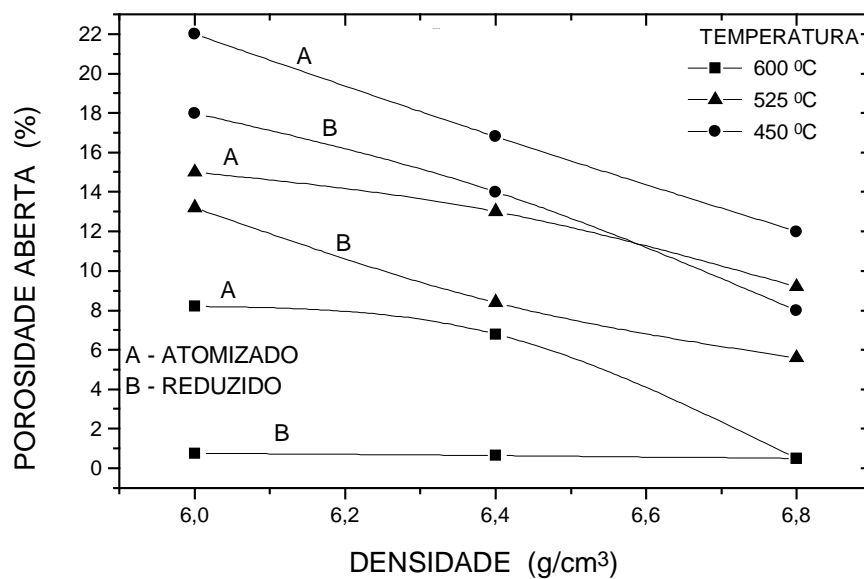
(b)

Figura 9 - Variação do ganho em peso em função da temperatura (a) e da densidade inicial (b).

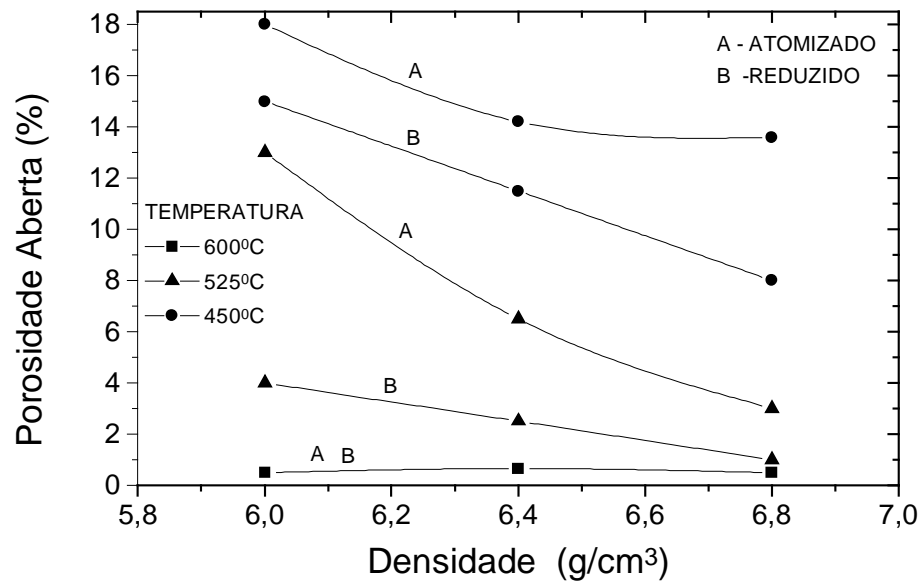
(BEISS, P., 1990)

A figura 10 (a, b, c) mostra os resultados experimentais da ferroxidação em peças com 3 densidades iniciais diferentes (6.0 , 6.4 e 6.8 g/cm^3), em 3 temperaturas (450 , 525 e $600 \text{ }^\circ\text{C}$) e 3 tempos (25 , 100 e 250 minutos) de tratamento, comparando dois tipos de pós de ferro produzidos pela Höganäs; um atomizado e o outro reduzido.

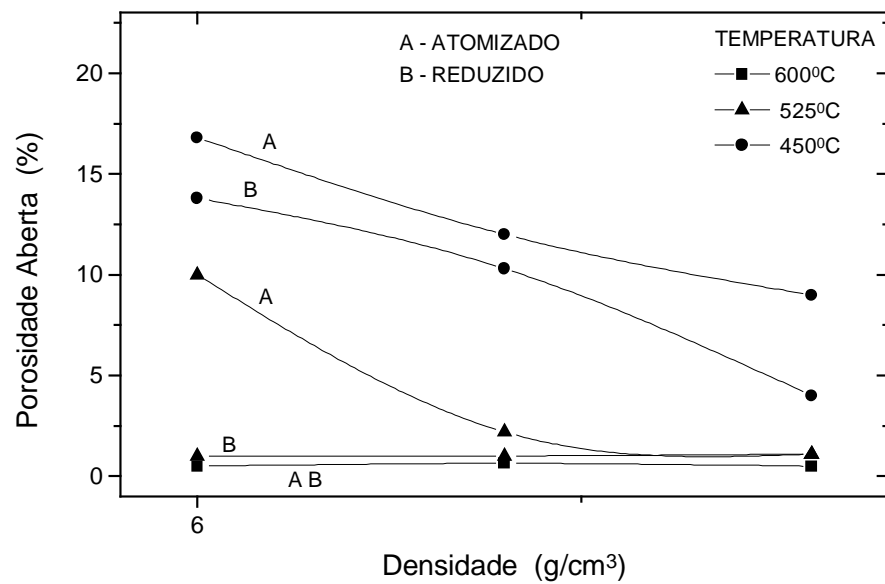
Observe-se que os dados são plotados em gráficos de densidade versus porosidade aberta percentual, ao invés de densidade versus ganho em peso, como nas figuras anteriores. Os percentuais de poros abertos antes da ferroxidação eram 23.0% , 18.5% , 13.5% , para as densidades iniciais de 6.0 , 6.4 e 6.8 g/cm^3 , respectivamente. (RAZAVIZADEH, K., et al., 1979)



a) 25 minutos



b) 100 minutos



c) 250 minutos

Figura 10 - Variação da densidade em função do tempo, temperatura e densidade inicial.
(RAZAVIZADEH, K., et al., 1979)

Analisando os gráficos da figura 10, pode-se verificar que:

- 1 - A proporção de fechamento da porosidade é fortemente dependente da temperatura de tratamento.
- 2 - O fechamento dos poros é bastante afetado pela densidade inicial para as temperaturas de 450 e 525 °C.
- 3 - Em cada nível de densidade e temperatura a proporção de poros fechados é maior para as amostras confeccionadas com o pó de ferro reduzido.

2.4.4 - Estanqueidade.

Como o óxido de ferro formado durante a ferroxidação preenche os poros e os canais comunicantes das peças sinterizadas, elas se tornam mais (ou totalmente) estanques, dependendo das condições de tratamento e da sua densidade inicial.

O selamento de peças sinterizadas por ferroxidação apresenta vantagens tais como: (PEASE III, L. F., et al., 1988; EGGLESTON, et al., 1982)

- As peças não absorvem o óleo lubrificante quando em contato com mancais lubrificados.
- A superfície resultante permite a eletrogalvanização com níquel ou cromo, sem a necessidade de qualquer preparação intermediária da mesma.
- As peças podem ser usadas em aplicações hidráulicas e pneumáticas sem ocorrer o vazamento do fluido de trabalho.
- O custo do selamento de componentes sinterizados via ferroxidação é estimado em 1/3 do custo da infiltração plástica e 1/7 do da infiltração com cobre.

O nível de estanqueidade alcançado em uma peça sinterizada e ferroxidada depende da sua densidade inicial e da quantidade de óxido formado durante o processo. A quantidade de óxido formado depende, por sua vez, da temperatura e tempo de tratamento.

A figura 11 mostra os resultados da estanqueidade atingida em peças com 3 níveis de densidade (baixa, média e alta), ferroxidadas em temperatura de formação de Fe_3O_4 . Os resultados mostram a relação do ganho em peso e a

quantidade de gás (cm^3/min) que atravessa as peças submetidas a uma pressão de 35 kgf/cm^2 . (Sumitomo Eletric, 1982)

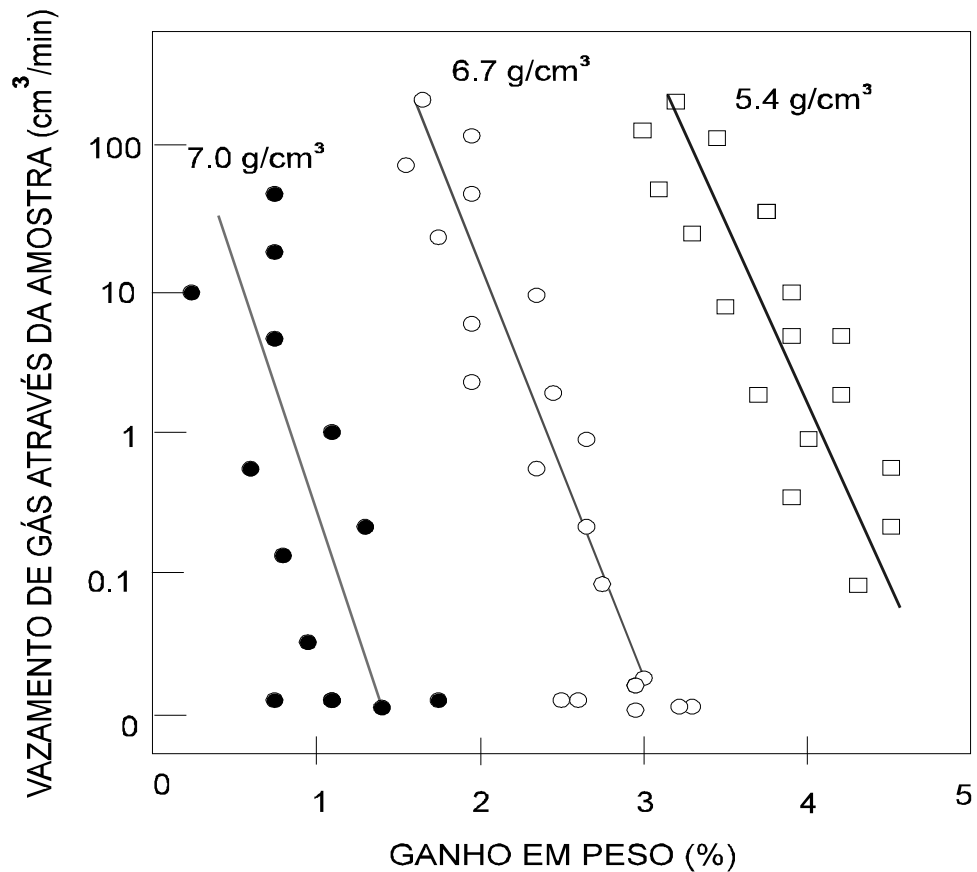


Figura 11 - Estanqueidade em função do ganho em peso.
(Sumitomo Eletric, 1982)

Observa-se que as peças de baixa densidade (5.4 g/cm^3) não atingem a estanqueidade total. É citado na literatura, que por mais que se varie as condições de ferroxidação, não é possível atingir uma permeabilidade nula para peças com esta densidade inicial. Para as peças com 6.7 g/cm^3 e 7.0 g/cm^3 de densidade, a estanqueidade total é alcançada com um ganho em peso mínimo de 2.8 % e 1.5 %, respectivamente. (Sumitomo Eletric, 1982)

É possível a obtenção de permeabilidade nula, em peças de média e alta densidade inicial, com um tempo de tratamento bem mais curto realizando-se a ferroxidação em temperaturas acima de 570°C . Como já visto, a camada de FeO que

se forma acima desta temperatura cresce muito mais rapidamente, selando os poros superficiais num tempo bem mais curto do que a camada de Fe_3O_4 .

Em termos aplicativos, deve-se ter em mente que a camada resultante, quando se faz a ferroxidação das peças acima de 570°C , é menos resistente à corrosão. Além disso, o ganho em peso final é bem menor, isto é, a densidade final das peças é menor se comparada aos resultados da ferroxidação de peças em temperaturas onde ocorre a formação de Fe_3O_4 .

2.4.5 - Variação da dureza aparente.

A dureza aparente das peças sinterizadas sofre um aumento entre 40 a 100%, dependendo das condições utilizadas para a sua ferroxidação. (RAZAVIZADEH, K., et al., 1979)

Este aumento se deve à: (RAZAVIZADEH, K., et al., 1979)

- Elevada dureza do óxido de ferro, em torno de 50 HRc, para a magnetita (Fe_3O_4).

- Formação de óxido de ferro nos poros e canais interligados da peça sinterizada, elevando a sua densidade, o que trás como consequência um aumento de dureza aparente.

A dureza de uma peça ferroxidada pode ser estimada através da expressão abaixo, conhecida como regra da mistura. (BOCCHINI, G., F. , 1983)

$$D_p = D_{Fe} V_{Fe} + D_{Fe_3O_4} V_{Fe_3O_4} \quad , \text{ onde}$$

D_p - Dureza da peça após a ferroxidação.

D_{Fe} - Dureza do ferro ou da liga ferrosa.

V_{Fe} - Volume de ferro ou da liga ferrosa na peça.

$D_{Fe_3O_4}$ - Dureza do óxido de ferro.

$V_{Fe_3O_4}$ - Volume de óxido na peça após a ferroxidação.

Percebe-se que, além da sua dureza, a quantidade final de óxido de ferro na peça é um fator decisivo para o valor da dureza resultante na peça ferroxidada.

Como vimos nos itens anteriores, a quantidade ou o volume final de óxido de ferro em uma peça ferroxidada depende da sua densidade inicial, da temperatura e, em menor grau, do tempo de tratamento. A figura 12 nos mostra a variação da dureza aparente (escala Rockwell B) em função da densidade inicial das peças e do tempo de ferroxidação, em temperatura de formação de Fe_3O_4 .

Percebe-se que a variação da dureza em função do tempo de tratamento não é muito significativa, não ocorrendo o mesmo com relação a densidade inicial das peças. Fica claro que o maior volume de Fe_3O_4 presente nas peças de menor densidade inicial lhes proporciona maior dureza final. (MOLINARI, A., et al, 1986; SINKA, V., et al., 1989)

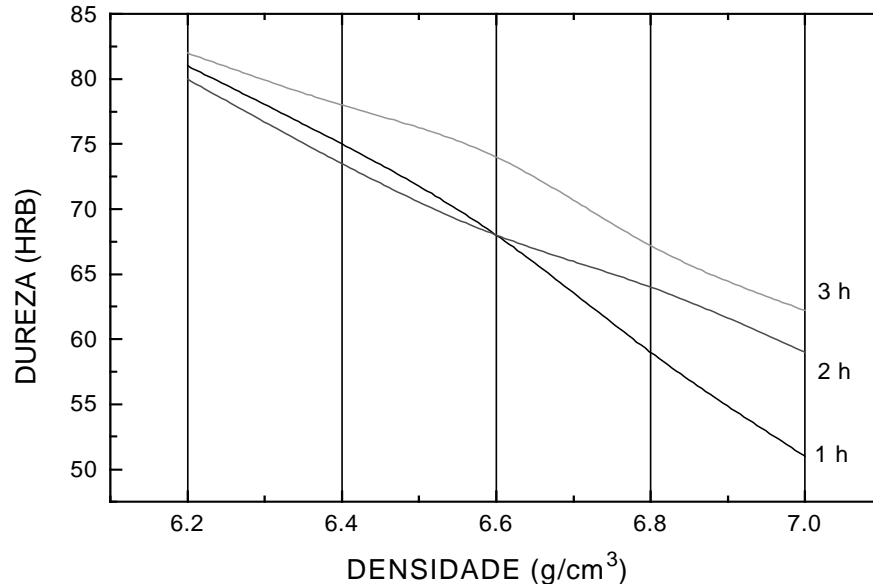
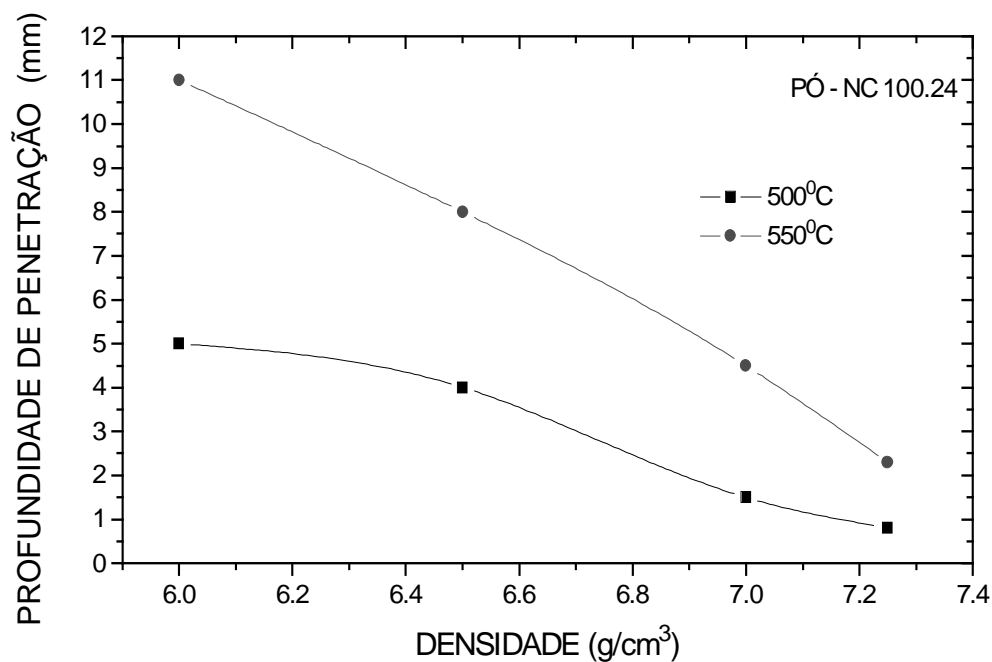


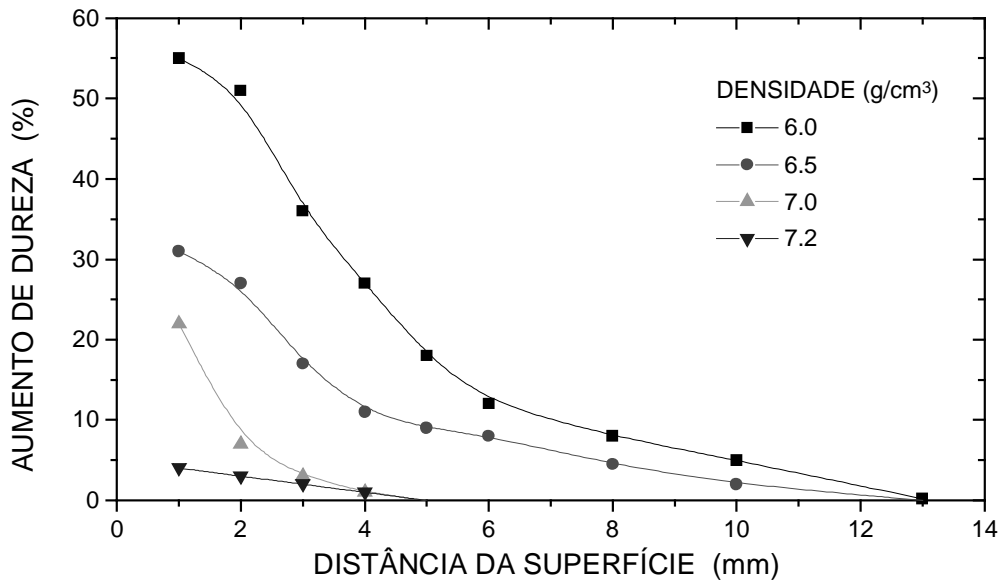
Figura 12 - Variação da dureza em função da densidade inicial e do tempo de tratamento para Fe_3O_4 .

(MOLINARI, A., et al 1986)

A dureza resultante em peças ferroxidadas também é dependente da profundidade de penetração da camada óxida na rede de poros comunicantes, que por sua vez é função da temperatura de ferroxidação e da densidade inicial das mesmas. A variação da profundidade de penetração do Fe_3O_4 , em função da densidade das peças, para duas possíveis temperaturas de tratamento, pode ser vista na figura 13(a). As peças em questão foram produzidas com pó de ferro reduzido (NC 100.24). A figura 13(b) nos mostra o perfil de dureza para várias densidades iniciais, para as mesmas peças, expressando o aumento percentual da dureza em função da profundidade. (BEISS, P., 1990)



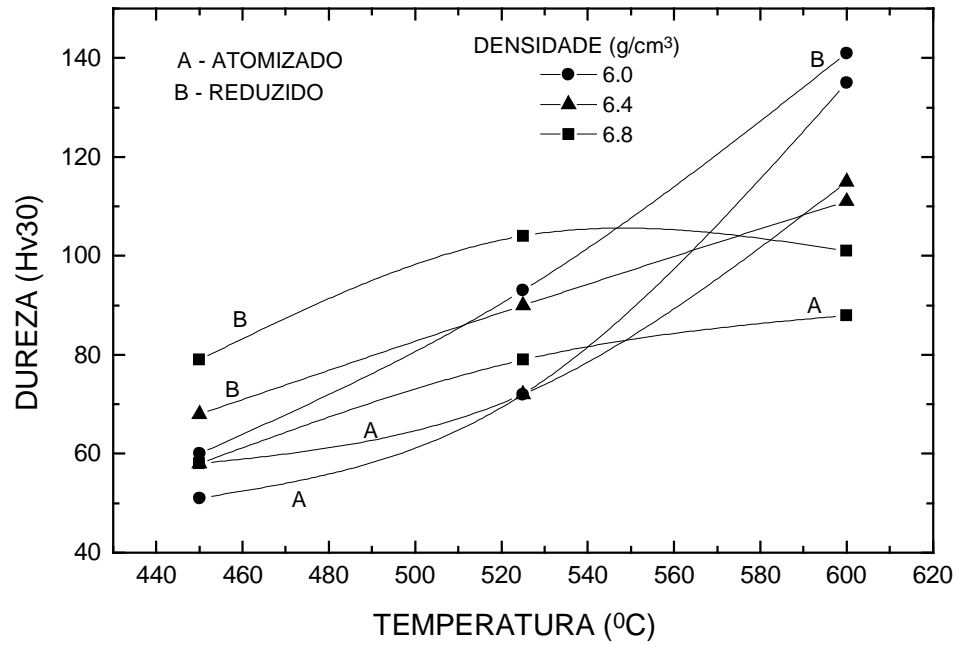
(a)



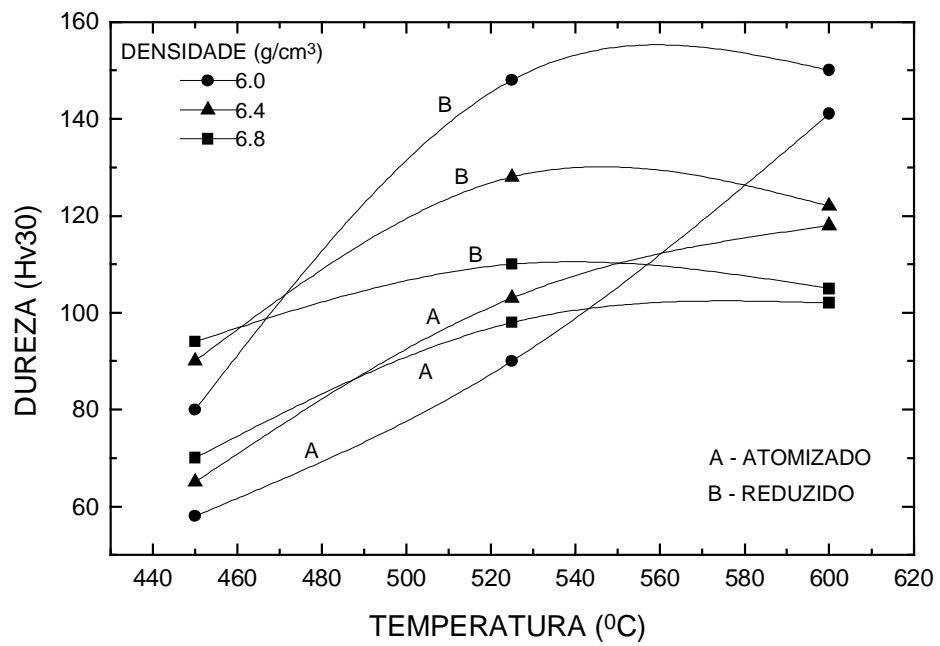
(b)

Figura 13 - Variação da profundidade de penetração do óxido em função da densidade e temperatura (a); Perfil de dureza em função da profundidade para várias densidades (b). (BEISS, P., 1990)

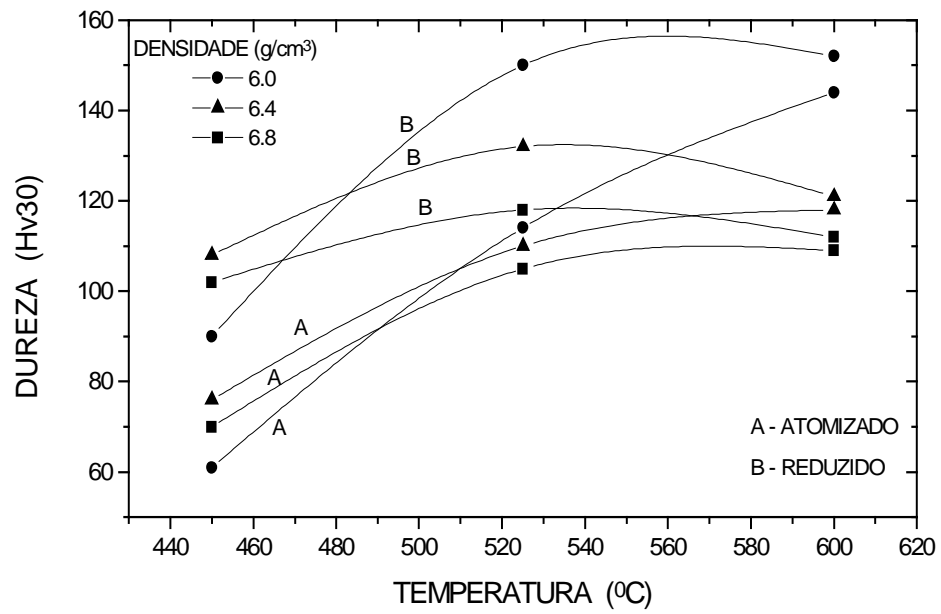
A figura 14 (a, b, c) mostra os resultados experimentais da ferroxidação em peças com 3 densidades iniciais distintas ($6.0, 6.4, 6.8 \text{ g/cm}^3$), em 3 temperaturas ($450, 525 \text{ e } 600^\circ\text{C}$) e 3 tempos (25, 100 e 250 minutos) de tratamento, comparando dois tipos de pós de ferro produzidos pela Höganäs, um atomizado e o outro reduzido. . (RAZAVIZADEH, K., et al., 1979)



a) 25 minutos



b) 100 minutos



c) 250 minutos

Figura 14 - Variação da dureza em função do tempo, temperatura e densidade inicial.
(RAZAVIZADEH, K., et al., 1979)

2.5 - CARACTERIZAÇÃO DAS CAMADAS ÓXIDAS.

Com o uso de microscópios óticos é possível caracterizar os resultados da ferroxidação em termos da espessura da camada superficial, da profundidade de penetração do óxido e do nível de ferroxidação em função de área percentual ocupada pela fase óxida, entre outras características.

Com um microscópio eletrônico de varredura (MEV) é possível observar detalhes morfológicos das camadas formadas.

Uma camada formada em 630 °C, por exemplo, apresenta grande espessura e uma estrutura celular (em forma de colunas) com diâmetros maiores que 1 μm . Em outra, formada em 585 °C, a estrutura celular é menos pronunciada. Esta tendência à redução do diâmetro das células tende a continuar para temperaturas mais baixas (530°C). (VOLENIK, K., et al., 1978) [16]

O aspecto morfológico do óxido não é muito afetado se as amostras são resfriadas lenta ou rapidamente após a ferroxidação. Em alguns casos é possível observar pequenas partículas (provavelmente fases precipitadas), dentro do óxido, principalmente na camada externa. (VOLENIK, K., et al., 1978)

As fases formadas podem ser identificadas por difração de raios -X ou espectroscopia Mossbauer. Entretanto, as principais fases formadas na ferroxidação, FeO e Fe₃O₄, podem apresentar desvios estequiométricos, que interferem significativamente nas análises por Mossbauer, dificultando a sua identificação. Portanto, a difração de raios -X é mais confiável. (VOLENIK, K., et al., 1978)

Quando se realiza a identificação das fases formadas, normalmente, é detectada a presença da hematita, Fe₂O₃, principalmente da camada superficial e em menor quantidade, dentro dos poros. A presença da hematita pode ser explicada em função das diferentes condições de oxidação dentro dos poros, impossíveis de serem controladas. Bem como na superfície, porque a camada externa do óxido age como uma barreira crescente à difusão catiônica na interface óxido-vapor, favorecendo a sua formação. A presença da hematita na camada externa também pode ser um indicativo de falhas durante o tratamento, como por exemplo, a

descarga do forno para o ar com as peças em temperatura muito elevada, acima de 427 °C.(VOLENIK, K., et al., 1978)

2.6 - INFLUÊNCIA DOS ELEMENTOS DE LIGA.

O elemento de liga mais comum em peças sinterizadas ferrosas de baixa e média densidade é o cobre.

Quando uma peça sinterizada contendo cobre, é ferroxidada, a temperatura do tratamento é suficiente para que ocorra a segregação do cobre na matriz ferrítica, elevando sua dureza. (BOCCHINI, G., et al., 1986; BEISS, P., 1990; RAZAVIZADEH, K., et al., 1981)

A camada de óxido irá se formar exclusivamente pela oxidação do ferro, pois o cobre não se oxida nas condições de ferroxidação. Observações mostraram que o enriquecimento do cobre (a segregação) ocorre em uma zona justamente abaixo da camada de Fe₃O₄. (BOCCHINI, G., et al., 1986; BEISS, P., 1990; RAZAVIZADEH, K., et al., 1981)

Devido à heterogeneidade microestrutural e ao distinto comportamento dos dois elementos frente à oxidação, a camada de óxido formada apresenta variação na sua espessura, muitos defeitos e microcavidades em sua interface. Por esta razão, a camada resultante estará tensionada e defeituosa e, conseqüentemente, será menos densa e menos aderente, comprometendo sua resistência à corrosão e ao desgaste. (BOCCHINI, G., et al., 1986; BEISS, P., 1990; RAZAVIZADEH, K., et al., 1981)

Com relação à peças ferrosas que contém carbono, há a necessidade de cuidados no seu resfriamento, como já foi discutido no item 2.3.1.

2.7 - VARIAÇÃO DO ACABAMENTO SUPERFICIAL.

O crescimento da camada de óxido na superfície das peças sinterizadas causa mudanças na sua microgeometria pelo fechamento de pequenos poros e corrugações superficiais.

A ferroxidação produz um acabamento superficial de aspecto agradável e em termos de rugosidade, influencia os valores da R_a , R_{sk} e S_m , mas não afeta a R_p , R_{max} e R_{tm} , sendo: (GALLO, A., et al., 1987)

R_a - média aritmética dos valores absolutos de picos e vales em relação a linha média.

R_{sk} - assimetria em um perfil da superfície.

S_m - distância média entre os picos de um perfil.

R_p - a máxima altura de um perfil acima da linha média.

R_{max} - a máxima diferença entre picos e vales.

R_{tm} - o valor médio de 5 comprimentos consecutivos de um perfil de rugosidade.

2.8 - RESISTÊNCIA À CORROSÃO.

A melhoria da resistência à corrosão é alcançada desde que as camadas óxidas externas e internas formadas na peça sinterizada protejam o ferro de oxidações indesejáveis ou outros tipos de ataques corrosivos. A resistência à corrosão e a aderência de uma camada óxida criada sobre uma superfície metálica, pode ser estimada pelo parâmetro x , tal que: (MOLINARI, A., et al 1986)

$$x = \frac{[M_{ox}] \rho_{met}}{n [M_{met}] \rho_{ox}} \quad (15)$$

onde,

$[M_{ox}]$ - Peso molecular do óxido.

$[M_{met}]$ - Peso molecular do metal.

ρ_{met}, ρ_{ox} - Densidade do metal e do óxido, respectivamente.

n - Número de átomos de metal no óxido.

Se o valor de x for menor que um ($x < 1$) a camada é porosa e conseqüentemente pouco protetora, mas se for maior que um ($x > 1$), porém não muito maior, a camada será compacta e de boa aderência, e não estará submetida a altas tensões compressivas. Para o Fe_3O_4 , o valor do parâmetro x é igual a 2.086, sendo aproximadamente igual ao valor do óxido de cromo em peças de aços inox ($x=2.02$). (MOLINARI, A., et al 1986)

A resistência à corrosão é determinada pela magnetita (Fe_3O_4), obtida em temperaturas de tratamento inferior a $570^\circ C$. A formação da hematita (Fe_2O_3) deve ser evitada, seguindo as recomendações apresentadas no item 2.3.1.

Quando a resistência à corrosão for um requisito indispensável, a ferroxidação das peças não deve ser realizada em temperaturas acima de $570^\circ C$, pois estar-se-á na faixa de temperaturas de formação de FeO . O FeO formado irá se decompor totalmente, em Fe_3O_4 e Fe se o resfriamento for lento, ou parcialmente se o resfriamento for muito rápido, mas a camada resultante será de qualquer forma ($Fe_3O_4 + Fe$ ou $Fe_3O_4 + FeO + Fe$), menos resistente à corrosão do que a camada composta somente de Fe_3O_4 , formada abaixo de $570^\circ C$. (MOLINARI, A., et al 1986)

A quantidade de Fe_3O_4 e sua distribuição na peça, em função da distribuição da porosidade, também pode ser decisivo para a resistência à corrosão. É de se esperar que peças com uma porosidade mais bem distribuída apresentem melhores resultados. (MOLINARI, A., et al 1986)

A resistência à corrosão das peças ferroxidadas pode ser ainda melhorada banhando-as em óleos inibidores de ferrugem após a ferroxidação, permitindo seu armazenamento sob condições atmosféricas por até 6 meses. (PEASE III, L. F., et al., 1988; MOLINARI, A., et al 1986)

2.9 - RESISTÊNCIA AO DESGASTE.

A ferroxidação de peças sinterizadas promove uma acentuada melhoria na sua resistência ao desgaste. Esta melhoria ocorre em função da elevada dureza da camada superficial do óxido de ferro, e pelo fato desta melhorar a retenção de lubrificantes sobre a superfície de deslizamento das peças. Além de que, a própria camada óxida atua como um lubrificante sólido, diminuindo o coeficiente de atrito. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Levando-se em consideração que os poros e canais comunicantes do corpo sinterizado, também são preenchidos, forma-se uma rede contínua de óxido que age como um lubrificante sólido, garantindo uma maior resistência ao desgaste, mesmo após a camada superficial ter sido gasta. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

A ferroxidação também foi largamente empregada na indústria para melhorar o desempenho de ferramentas de aço rápido. Há referências, de que a vida útil de brocas, alargadores, machos, e fresas era dobrada após a ferroxidação. A camada de Fe_3O_4 evita a interação entre o cavaco e a ferramenta, e retém o fluido de corte, diminuindo o atrito e, conseqüentemente, o aquecimento da ferramenta de corte. Atualmente esta aplicação da ferroxidação não é mais utilizada em função do desenvolvimento de outras técnicas de revestimento mais apropriadas para ferramentas de corte. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Apesar da ferroxidação ser largamente utilizada com o objetivo de melhorar a resistência ao desgaste de componentes sinterizados, são encontrados poucos trabalhos na literatura que enfoquem o efeito da camada de óxido sobre o comportamento tribológico dos mesmos.

A seguir veremos uma análise que aborda aspectos quanto ao Modo de Deformação que ocorre na região de contato de peças oxidadas em deslizamento.

No passado foi proposto que baixo coeficiente de atrito e desgaste brando poderiam ser alcançados quando as camadas obtidas sobre superfícies metálicas fossem, duras, facilmente cisalháveis e possuísem uma espessura grande, acima de um valor crítico. Porém, óxidos facilmente cisalháveis, são moles e portanto possuem pouca resistência à penetração durante o escorregamento. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Trabalhos mais recentes têm demonstrado ao contrário, que filmes de óxidos de qualquer espessura apresentam um resultado efetivo contra o desgaste (dependendo das tensões normais e tangenciais na superfície). Também tem sido alegado que a dureza relativa entre o óxido e o substrato (metal), controla a deformação na interface óxido-metal, ou seja, controla a ruptura da camada óxida protetora. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Quando a camada de óxido não rompe durante o escorregamento, ela deforma-se elasticamente, e a tensão e a deformação na interface, dependem das propriedades elásticas (modulo de Young) do óxido e do substrato, bem como da espessura da camada. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

É evidente, portanto, que os mecanismos de atrito e desgaste associados às superfícies metálicas oxidadas e sob deslizamento lubrificado, devem ser analisados em termos dos parâmetros apropriados, ou seja, em função do Modo de Deformação na interface de contato, isto é, se este é elástico ou plástico. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

2.9.1 - Coeficiente de atrito quando o Modo de Deformação é Elástico.

É evidente que quando a camada de óxido não é removida, a deformação plástica e o desgaste na superfície de escorregamento são virtualmente insignificantes. Quando isso ocorre, a deformação na região de escorregamento é elástica. Os coeficientes de atrito experimentais para este caso estão entre 0.1 e 0.2, valores típicos de superfícies em deslizamento com lubrificação-limite. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

O comportamento elástico de uma região de contato entre duas superfícies em deslizamento, com lubrificação-limite, e a obtenção de expressões para o coeficiente de atrito e relações de tensões, podem ser obtidas através de uma análise Hertziana. Pela solução de Hertz para meios homogêneos e isotrópicos, a pressão normal no contato de uma aspereza com uma superfície pode ser expressa por: (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

$$p(r) = p_0 \left[1 - \left(\frac{r}{a_0} \right)^2 \right]^{1/2} \quad (16)$$

onde, p é a pressão máxima ao longo da linha central do contato ($r=0$), r é a distância que varia da linha central até a_0 , que é a metade da largura de contato, dada por:

$$a_0 = 2 \left[\frac{L R (1 - \nu^2)}{\pi E} \right]^{1/2} \quad (17)$$

onde L é a carga normal (para o plano x-y) por unidade de comprimento, R é o raio da aspereza cilíndrica, $E = E_a / E_b$ e $\nu = \nu_a / \nu_b$, são as relações entre os módulos de elasticidade e coeficientes de Poisson da aspereza (a) e da superfície (b). (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986))

No caso de uma superfície revestida com uma camada, a tensão e a deformação na região de contato desviam-se da solução hertziana, dependendo, então, da relação entre os módulos elásticos da camada e do substrato, e da relação entre a metade da largura de contato e a espessura da camada. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986))

O comportamento elástico da região de contato com lubrificação-limite, de uma superfície revestida, pode ser idealizado conforme a figura 15.

A figura 15 mostra uma camada elástica de espessura uniforme, e , com propriedades elásticas E_l e ν_l , rigidamente aderida em um substrato com propriedades elásticas E_s e ν_s . O meio elástico é carregado por uma aspereza, a qual é assumida como rígida e cilíndrica. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986))

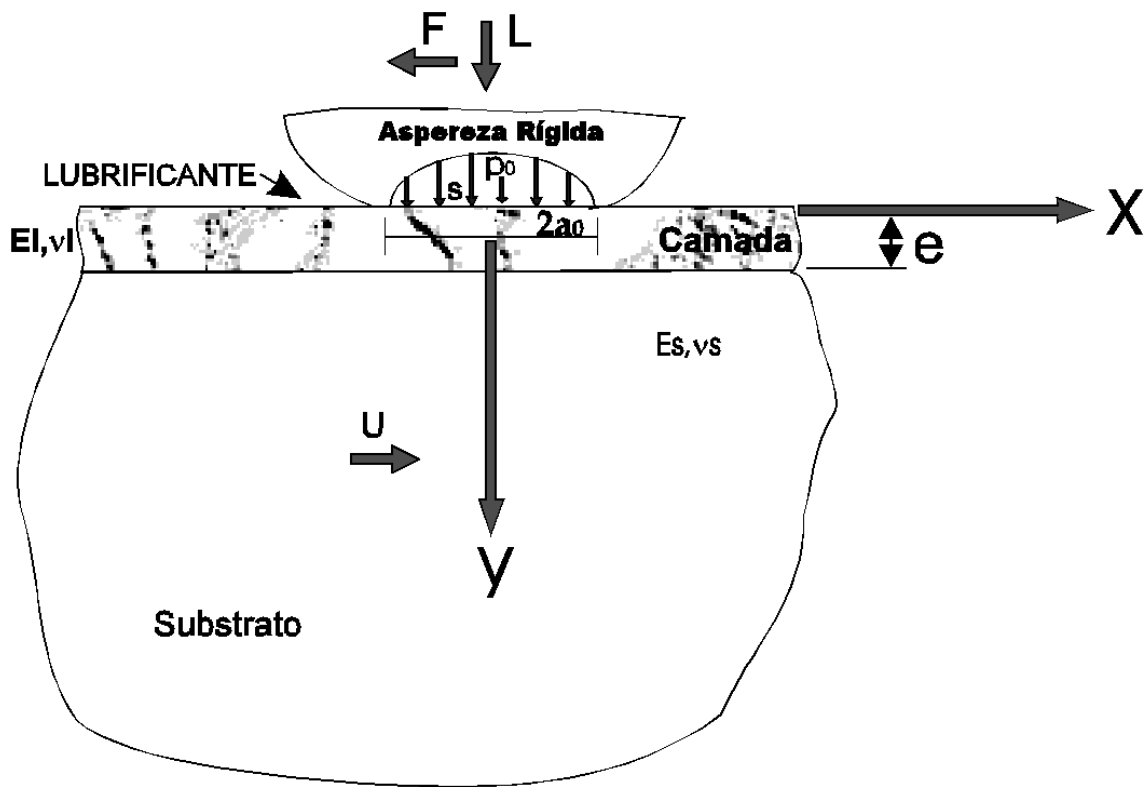


Figura 15 - Modelo do contato entre uma aspereza rígida, cilíndrica e estacionária e uma camada deslizante. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Para valores moderados da relação dos módulos elásticos, Gupta e Walowit, por exemplo, propuseram que a pressão no contato de uma indentação cilíndrica em uma camada superficial, pode ser aproximado, com bastante precisão, por uma soma de funções elípticas e parabólicas: (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

$$p(r) = \frac{p_0}{1 - \frac{8}{3\pi}} \left\{ \left[\alpha - \frac{8}{3\pi} \beta \right] \left[1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} + [\beta - \alpha] \left[1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right] \right\} \quad (18)$$

sendo $\alpha = a_0/a$ e $\beta = p_a/p_0$, onde a é a metade da largura de contato real e p é a pressão real em $r = 0$. É razoável assumir, além disso, que a solução acima também é válida quando tensões tangenciais pequenas estão presentes na interface de contato, o que é típico em superfícies com lubrificação-limite.

Neste caso a força de atrito resultaria principalmente do cisalhamento do filme de lubrificante. Então, se s é a resistência ao cisalhamento do filme de lubrificante, a força de atrito por unidade de comprimento, F , seria:

$$F = 2 \int_0^a s \, dr = 2 a s \quad (19)$$

A carga normal por unidade de comprimento, L , pode ser expressa como:

$$L = 2 \int_0^a p(r) \, dr \quad (20)$$

Substituindo a expressão da pressão $p(r)$ da equação 18 na equação 20, L pode ser escrita como:

$$L = \frac{2ap_0}{1 - \frac{8}{3\pi}} \int_0^a \left\{ \left[\alpha - \frac{8}{3\pi} \beta \right] \left[1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} + [\beta - \alpha] \left[1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right] \right\} d\left(\frac{r}{a} \right) \quad (21)$$

e após a integração da equação 21, L é dada por:

$$L = \frac{4}{\pi} \left(\frac{s}{p_a} \right) \left(\frac{\beta}{\alpha} \right) \quad (22)$$

onde $p_a = \beta p_0$. Assim o coeficiente de atrito $\mu = F/L$ pode ser obtido dividindo-se a equação 19 pela equação 22, resultando em:

$$\mu = \frac{4}{\pi} \left(\frac{s}{p_a} \right) \left(\frac{\beta}{\alpha} \right) \quad (23)$$

A equação 23 indica que o coeficiente de atrito, μ , é função das relações s/p_a e β/α , o que explica o desvio da solução de Hertz. Os parâmetros α e β , contudo, dependem da relação entre a espessura da camada e a metade da largura de contato, e/a , e as propriedades elásticas E_I, ν_I e E_s, ν_s da camada óxida e do substrato, respectivamente. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

A figura 16 mostra algumas curvas de atrito em função da relação dimensional e/a e para diferentes valores de s/p_a e E_I/E_s . As curvas foram obtidas da equação 23. Os parâmetros α e β foram retirados da literatura, os valores das relações e/a e E_I/E_s foram simulados, e foi assumido ainda que $\nu_I = \nu_s = 0.25$. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Pela figura 16, vê-se que o coeficiente de atrito é quase constante quando $0.05 > e/a > 2$, e diminui gradativamente quando e/a assume valores entre 0.05 e 2. Quando a camada é muito espessa ($e/a \gg 1$) ou muito fina ($e/a \ll 0.1$), o coeficiente de atrito tende assintoticamente à valores, $(4/p)(s/p_a)$, que correspondem à solução de Hertz ($\alpha = \beta = 1$). (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

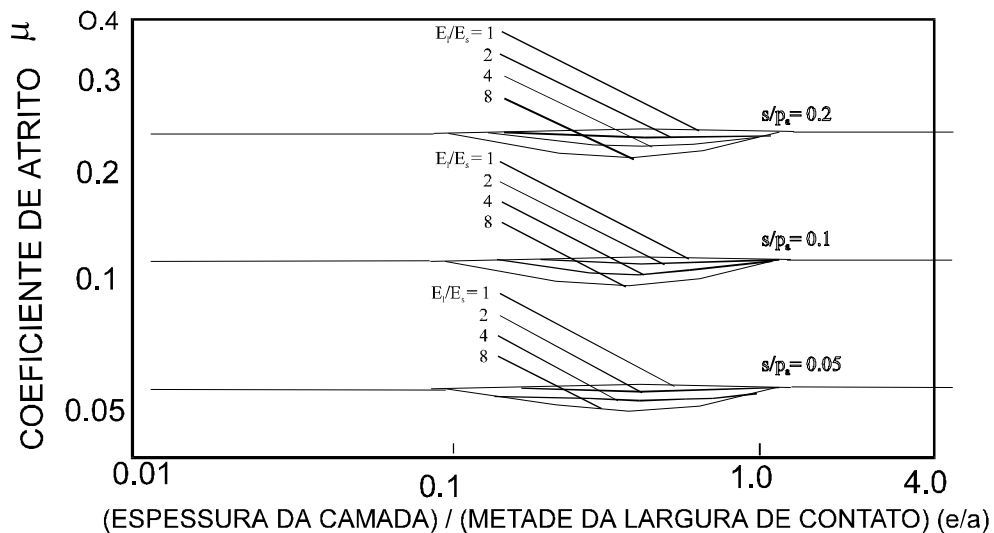


Figura 16 - Coeficientes de atrito teóricos versus a relação entre a espessura da camada e a metade da largura de contato da aspereza (e/a). (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

O efeito da relação dos módulos elásticos da camada e do substrato é pronunciado, especialmente quando $0.1 < e/a < 1$, nesta situação o coeficiente de atrito, μ , diminui quando a relação E_l/E_s aumenta. Em geral, os módulos de elasticidade dos óxidos são algumas vezes maiores que dos metais. Portanto, as curvas obtidas para $E_l/E_s = 1, 2, 4, 8$, são representativas para camadas óxidas em substratos metálicos. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

O principal parâmetro que controla a magnitude do coeficiente de atrito, é a relação s/p_a . Baixas razões s/p_a podem reduzir o coeficiente de atrito para 0.05 ou até menos. Isto sugere que coeficientes de atrito extremamente baixos poderiam ser obtidos, em lubrificação-limite, com pressões de contato significativamente altas, contudo, a camada externa tenderia a se deformar plasticamente. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

O efeito da resistência ao cisalhamento do lubrificante, s , no coeficiente de atrito é igualmente importante. Tem sido citado que em baixa pressão, a resistência ao cisalhamento do filme do lubrificante é aproximadamente constante, mas sob altas pressões, ela aumenta, de forma proporcionalmente brusca, com a pressão. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Rabinowicz, diz que a relação s/p , onde p é uma pressão hidrostática, assume valores perto de 0.1, quando a pressão p é pequena e perto de 0.05, quando a pressão p é grande. Por esta razão foram propostos os valores para a relação $s/p = 0.05, 0.1$ e 0.2 , mostrados na figura 16, dentre os possíveis valores que esta relação poderia assumir. (Devido às dificuldades associadas com a integração, foi assumido que s/p_a é da mesma ordem de magnitude e significado dos valores de s/p). (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Pode ser concluído, portanto, que quando as camadas oxidas não são deformadas plasticamente, ou fraturadas, o contato é principalmente elástico, e o mecanismo predominante de atrito é o cisalhamento do filme de lubrificante. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Deve ser enfatizado que a análise feita acima não depende do tipo de óxido formado, mas sim das propriedades elásticas do óxido e do metal do substrato; da relação entre a espessura da camada e a metade da largura de contato da aspereza; da resistência ao cisalhamento do filme de lubrificante e da pressão no

centro da interface de contato, assumindo, é claro, que o Modo de Deformação seja elástico. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

2.9.2 - Coeficiente atrito quando a deformação é Plástica.

Resultados experimentais mostram que superfícies metálicas oxidadas podem deformar plasticamente, tanto no início, como após uma certa distância de escorregamento, causando uma total ou parcial ruptura da camada óxida. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

A remoção da camada óxida pode ocorrer em função de diferentes mecanismos de falha. O óxido pode ser removido devido ao "desligamento" entre a camada e o metal. Isto pode acontecer se a tensão cisalhante presente na interface óxido-metal for maior que a sua resistência ao cisalhamento. Neste caso, o local do "desligamento" entre a camada e o substrato seria, inicialmente, deformado plasticamente com a conseqüente ruptura do filme óxido. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Este mecanismo ocorre quando a camada é muito fina, pois a tensão cisalhante não se distribui suficientemente dentro do óxido, concentrando-se muito na interface óxido-metal. Contudo, o "desligamento" também pode ocorrer em camadas espessas, sendo que poros ou cavidades interfaciais propiciam o desenvolvimento de trincas. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

A camada também pode romper devido a deformação plástica no substrato. Como geralmente o óxido é mais duro que o metal de base, pode ocorrer a deformação plástica do substrato, mesmo tendo a camada deformado apenas elasticamente. O mecanismo de falha é mais pronunciado quando o óxido é fino, devido a alta tensão produzida no metal de base. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

É também essencial salientar alguns aspectos microestruturais do óxido, especialmente a porosidade e microtrincas.

A cobertura de óxidos em substratos metálicos depende da relação em volume de óxido-metal, conhecida como relação de Pilling-Bedworth, a qual representa o volume do óxido dividido pelo volume do metal que seria substituído pelo óxido. (Esta suposição é válida somente se a formação do óxido acontecer

pela difusão de oxigênio para o substrato, através do óxido já formado). (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Se a relação for menor que 1, o óxido não cobrirá completamente a superfície metálica, ou seja, a camada óxida formada será descontínua e/ou porosa. Se a relação for maior que 1 a camada será contínua. A relação para cada óxido pode ser escrita como: (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

$$\frac{V_{ox}}{V_{met}} > 1 \quad \text{ou} \quad \frac{1}{n} \left(\frac{\rho_{met}}{\rho_{ox}} \right) \left(\frac{M_{ox}}{M_{met}} \right) > 1 \quad (24)$$

onde V_{ox} , M_{ox} e ρ_{ox} , são o volume, a massa molecular e a densidade do óxido, e V_{met} , M_{met} e ρ_{met} , do metal, respectivamente. O parâmetro n é uma relação estequiométrica e representa o número de átomos de metal presentes no óxido.

Se assumirmos que os óxidos formados foram Al_2O_3 , CuO , Cr_2O_3 e Fe_3O_4 , os valores da relação seriam, respectivamente, 1.28, 1.78, 2.02 e 2.08. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Apesar da condição apontada pela relação 24 ser necessária para a formação de uma camada contínua, ela está sujeita a algumas limitações. Por exemplo, se ela assume valores maiores que 2 ou mais, o volume de óxido é maior que o volume de metal oxidado. Sob estas condições podem resultar altas tensões internas na camada. Kofstad cita que quando uma espessura crítica é atingida, ocorrem defeitos no óxido devido às tensões internas, resultando em trincas e poros na sua microestrutura. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Sabe-se também que sólidos com trincas e cavidades internas delaminam durante o escorregamento quando tensões tangenciais e normais são aplicadas na interface de contato. O principal processo de fratura de óxidos espessos pode ser associado, portanto, com propagações de trincas na sua estrutura porosa. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Os óxidos espessos conteriam poros em maior quantidade e de maior tamanho que óxidos solubilizados e, portanto, as trincas se propagariam

rapidamente em locais mais profundos e, finalmente, produziriam grandes lascas na camada. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

O alto atrito e a severa danificação na superfície de óxidos espessos, podem ser atribuídos a delaminação de pré-trincas e poros da camada óxida. Além disso, podem ocorrer penetrações instantâneas das asperezas nos óxidos espessos, antes de começar o escorregamento, devido a baixa resistência à penetração dos poros. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Os mecanismos de falha de óxidos finos e espessos, discutidos acima, estão esquematizados na figura 17. A figura mostra as falhas devido a: "desligamento" da interface (a); penetração na camada e deformação plástica do substrato (b); deformação plástica do substrato (c); delaminação de camadas porosas e pré-trincadas (d). Estes mecanismos podem ocorrer isolada ou simultaneamente, dependendo da situação. Além disso, um mecanismo pode iniciar outro, na medida em que o escorregamento avança. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

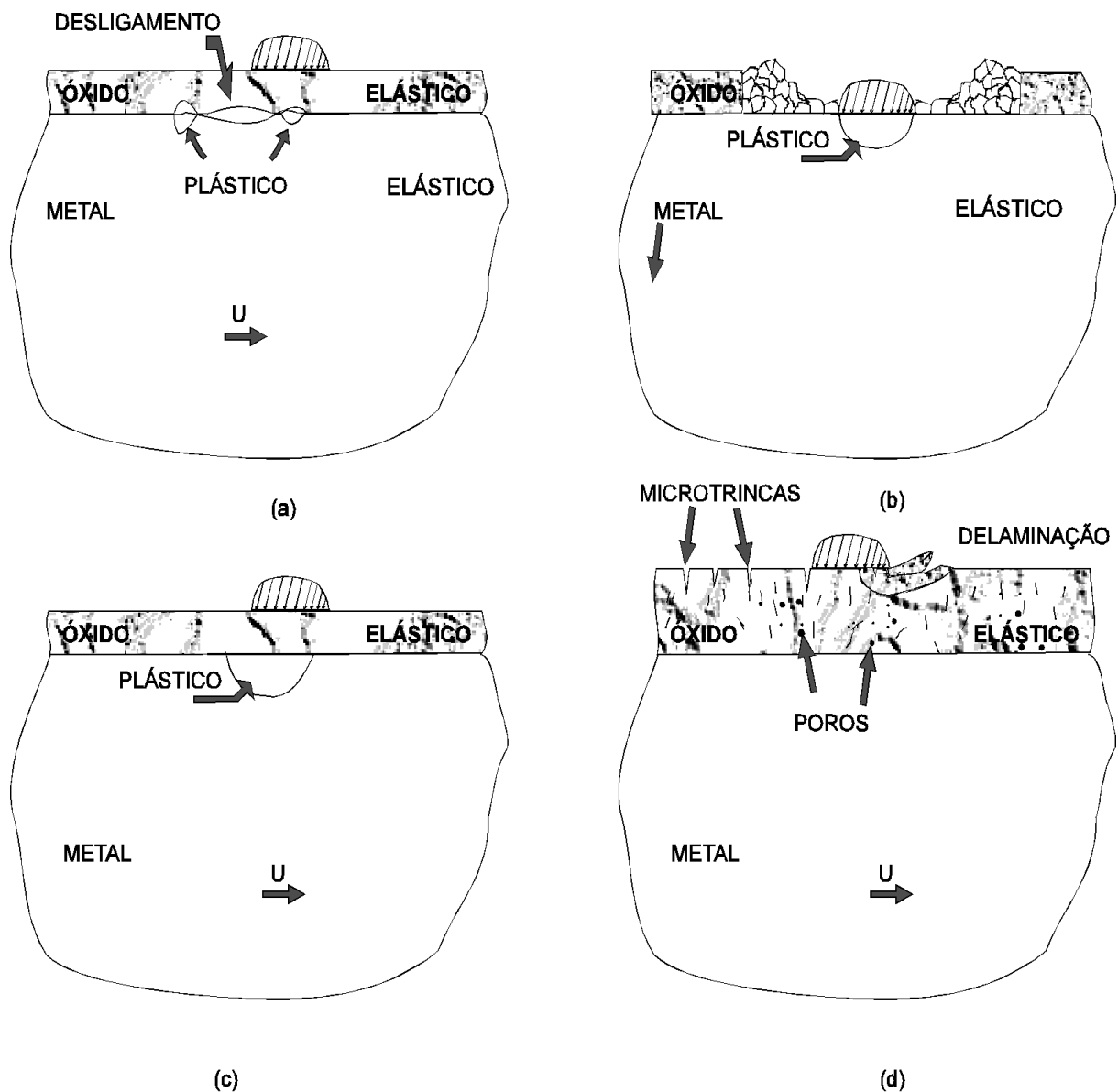


Figura 17 - Mecanismos de falha de camadas óxidas.

(KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Micrografias de superfícies desgastadas tem mostrado claramente que sulcos e deformação plástica das superfícies em contato ocorrem quando a camada óxida protetora é removida. Sob estas condições os fragmentos de óxido e metal produzidos, interferem de maneira significativa no coeficiente de atrito. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

A força de atrito resultará, principalmente, devido ao sulcamento e microcortes feitos na superfície pelos fragmentos de óxido e metal, caracterizando o mecanismo de desgaste do tipo abrasivo. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

Os coeficientes de atrito obtidos experimentalmente, quando a camada óxida é removida, estão em boa conformidade com os resultados obtidos pelo uso dos modelos analíticos citados na literatura. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

2.9.3 - Considerações Finais.

Em função desta análise, quanto ao Modo de Deformação da interface de contato de superfícies oxidadas sob escorregamento, pode-se destacar as seguintes aspectos.

- Quando as superfícies não sofrem deformação plástica, o principal mecanismo de atrito é o cisalhamento do filme de lubrificante. Os modelos analíticos, propostos para estas condições, indicam que o coeficiente de atrito depende da resistência ao cisalhamento do lubrificante, da pressão no centro do contato, da relação entre o módulo elástico do óxido e do metal, e da relação dimensional entre a espessura da camada de óxido e a metade da largura de contato da aspereza. Os coeficientes de atrito resultantes dos modelos teóricos, estão em grande conformidade com os resultados experimentais.

- Em geral, as camadas óxidas deformam elasticamente, quando a tensão normal na superfície é baixa e as camadas são compactas e suficientemente espessas. Ao contrário, quando os óxidos são espessos e porosos, elas são facilmente fraturadas, resultando, então, em deformação plástica das superfícies em escorregamento.

- A ruptura das camadas óxidas geralmente resulta em alto coeficiente de atrito e desgaste severo. Os fragmentos de óxido e metal desgastado, resultantes na interface, produzem sulcos e microcortes nas superfícies. Sob estas condições, a força de atrito resultante corresponde aos valores típicos de desgaste cujo mecanismo predominante é o do tipo abrasivo.

2.10 - PROPRIEDADES MECÂNICAS.

A ferroxidação de peças sinterizadas causa mudanças em quase todas as suas propriedades mecânicas. Os efeitos, benéficos ou prejudiciais, dependem, de uma maneira geral, da proporção da zona afetada pelo vapor e da seção total atravessada pelo óxido formado.

A seguir veremos como as principais propriedades mecânicas são afetadas pela ferroxidação.

2.10.1 - Módulo de Young ou Módulo de Elasticidade. (E)

O aumento do módulo de Young pela ferroxidação é comprovado e pode ser estimado em cerca de 10.000 N/mm^2 (10 GPa) para cada percentual de ganho em peso resultante nas peças. Levando em consideração que o ganho em peso de peças ferroxidadas é em torno de 3 a 4 %, o módulo de elasticidade destas, estaria em torno de 160 a 170 GPa (considerando para o ferro sinterizado, com densidade entre 6.4 a 6.8 g/cm^3 , $E=130 \text{ GPa}$). (BEISS, P., 1990)

O módulo de elasticidade da magnetita pura é estimado em torno de 414GPa, e seu coeficiente de Poisson, ν , em 0.25. (KOMVOPOULOS, K., et al., 1986)

2.10.2 - Ensaio de tração.

Com a realização de ensaios de tração observa-se que o limite de resistência a tração, σ_R , de peças sinterizadas, é levemente aumentado pela ferroxidação. Este aumento é mais acentuado quanto maior for a porosidade inicial das peças, pois maior será a quantidade de óxido resultante nas mesmas. A figura 18 mostra o crescimento de σ_R através da relação $\Delta\sigma_R / \sigma_R$ versus o ganho em peso, comparando dois tipos de pós de ferro, o ASC 100.29 e o NC 100.24, utilizados para a confecção das amostras. (LEDOUX, L., et al., 1990)

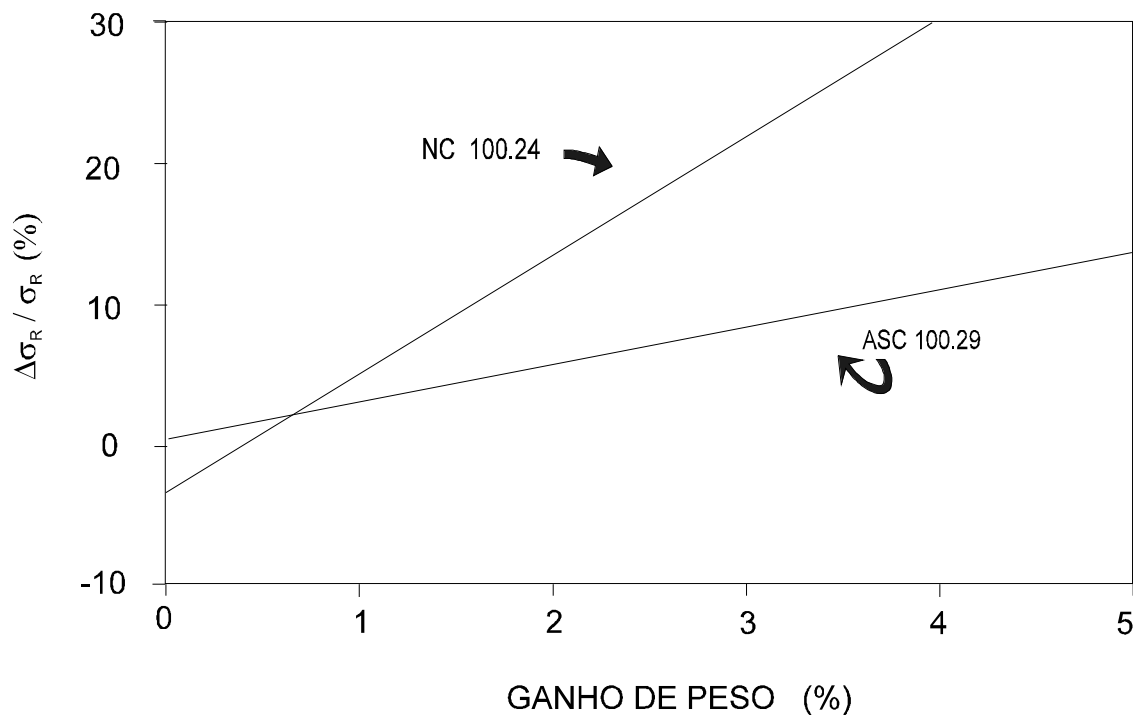


Figura 18 - Limite de resistência a tração versus o ganho de peso após a ferroxidação. (LEDOUX, L., et al., 1990)

O limite de elasticidade aumenta mais que o limite de resistência a tração e a elongação é drasticamente diminuída após a ferroxidação. (LEDOUX, L., et al., 1990; VÁRIOS AUTORES, 1990)

Realizando os ensaios de tração dentro de um microscópio eletrônico de varredura é possível observar continuamente a evolução da fratura das amostras ferroxidadas. As principais observações são resumidas abaixo: . (LEDOUX, L., et al., 1990)

- Deformação elástica: quando a tensão aplicada é menor que o limite elástico das amostras, não são observados danos na fase óxida.
- Pequena deformação plástica: perto do limite elástico a fase óxida das amostras começa a trincar.
- Grande deformação plástica: quando o limite elástico é ultrapassado, o numero de trincas aumenta com a deformação; surgem algumas bandas de

escorregamento que se desenvolvem a partir das trincas do óxido, num ângulo de 45° com a direção da tensão aplicada.

- Fratura: a fratura ocorre no plano transversal da amostra que apresenta a maior quantidade de fase óxida.

As relações entre as propriedades mecânicas e os parâmetros microestruturais podem ser descritas como segue: . (LEDOUX, L., et al., 1990)

- O melhoramento do limite elástico esta ligado às primeiras falhas da fase óxida, as quais acontecem quando esta atinge localmente o seu limite de deformação; o limite elástico é atingido somente quando os deslocamentos podem mover-se em longas distâncias, o que somente é possível quando iniciam as trincas da fase óxida; isto acaba retardando a deformação plástica das amostras.

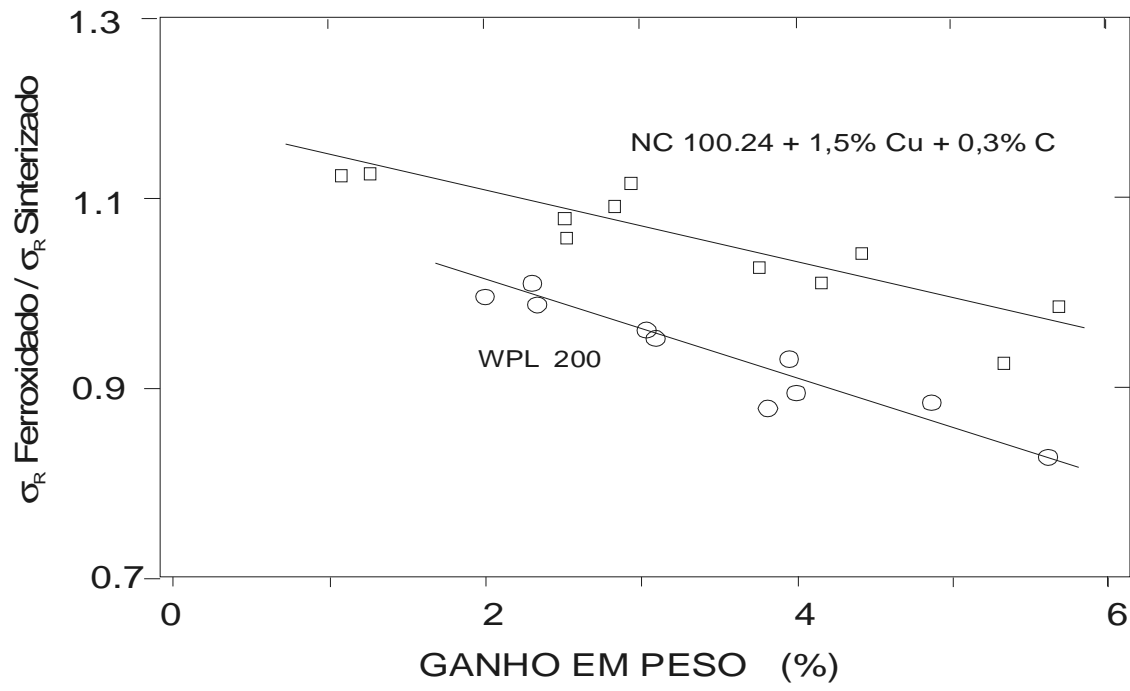
- As trincas iniciais ocorrem mais cedo nas amostras produzidas com o pó ASC 100.29, do que nas produzidas com o pó NC 100.24, devido a alta concentração de tensões que ocorre no primeiro, em função das pequenas curvaturas interna da sua fase óxida.

- O coeficiente de encruamento será menor após a ferroxidação; quando a deformação aumenta ocorre o trincamento do óxido e então o comportamento do material tende ao comportamento da matriz não tratada, induzindo, portanto, um decréscimo do coeficiente de encruamento. Consequentemente, um menor aumento do Limite de Resistência a Tração é observado quando comparado com o aumento do Limite Elástico.

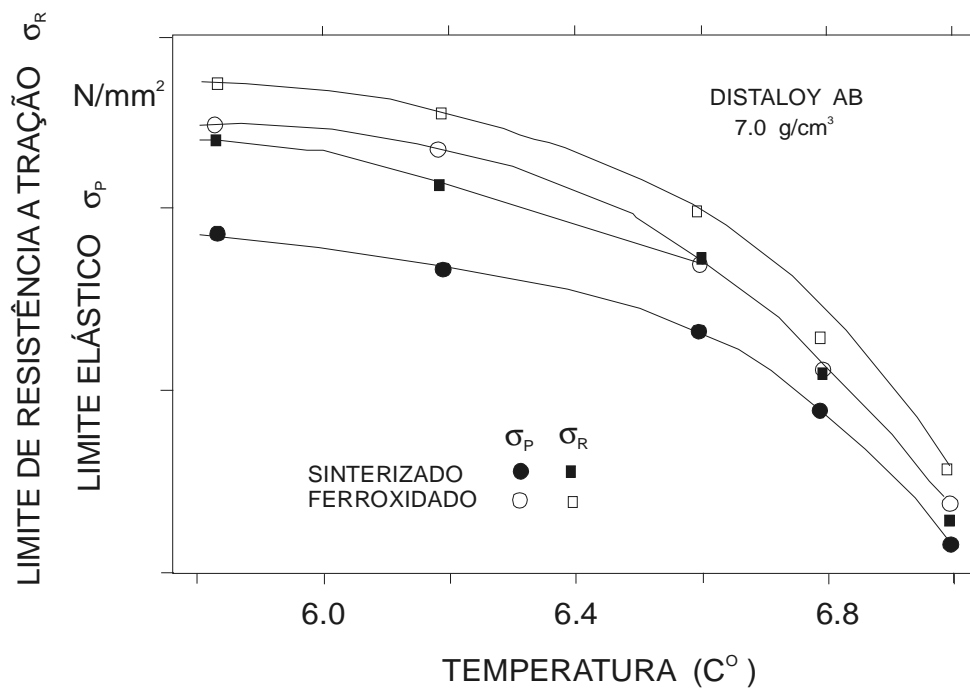
- Por causa da localização de deformação em pequenos planos de escorregamento a elongação total é drasticamente diminuída, dependendo do numero de planos de escorregamento ativados, e por conseqüência, do número de poros, o que explica a diferença entre as amostras de ASC 100.29 e NC 100.24.

Outra fonte bibliográfica (BEISS, P., 1990) apresenta resultados contrários aos descritos acima com relação à influência da ferroxidação sobre o limite de resistência a tração.

A figura 19 (a) mostra a relação entre o Limite de Resistência à Tração antes e após a ferroxidação, plotada versus o ganho em peso de corpos de prova do tipo "cotonete" (MPa).



(a)



(b)

Figura 19 - (a): Variação do Limite de resistência a tração em função do ganho em peso.

(b): Variação do Limite de resistência a tração e do Limite Elástico em função da temperatura de ensaio.

(BEISS, P., 1990)

Observa-se que com alto ganho em peso, isto é, baixa densidade inicial, foi achado um efeito prejudicial dos óxidos. Com baixo ganho em peso, alta densidade inicial, o material é reforçado pelo tratamento. O diferente reforço, com respeito ao tipo de pó de ferro utilizado, atomizado e reduzido, deve ser visto no contexto, associado com o aumento superior da dureza do pó reduzido. Severas perdas na resistência à tração, após a ferroxidação, foram observadas em peças contendo carbono. (BEISS, P., 1990)

A figura 19 (b) apresenta os resultados dos testes de tração em função da temperatura para um liga Distaloy AB com densidade em torno de 7.0 g/cm³. O

limite elástico e de tração são melhorados dentro dos limites esperados, e o efeito positivo é mantido em toda faixa de temperatura. (BEISS, P., 1990)

Para uma densidade de 6.6 g/cm^3 a elongação resultante é insignificante ($\leq 1\%$). A ductilidade só é mensurável para valores de elongação acima deste valor. (BEISS, P., 1990)

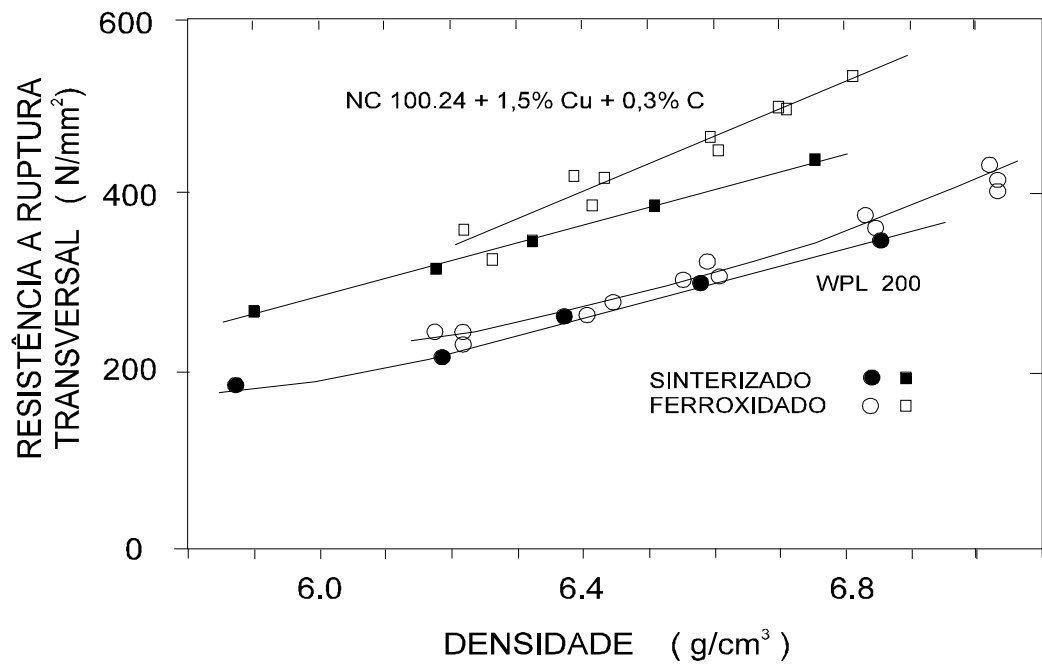
2.10.3 - Ensaio de ruptura transversal.

Na realização de ensaios de ruptura transversal, verifica-se que a ferroxidação produz uma apreciável melhora na resistência à ruptura transversal de amostras sinterizadas. (BEISS, P., 1990)

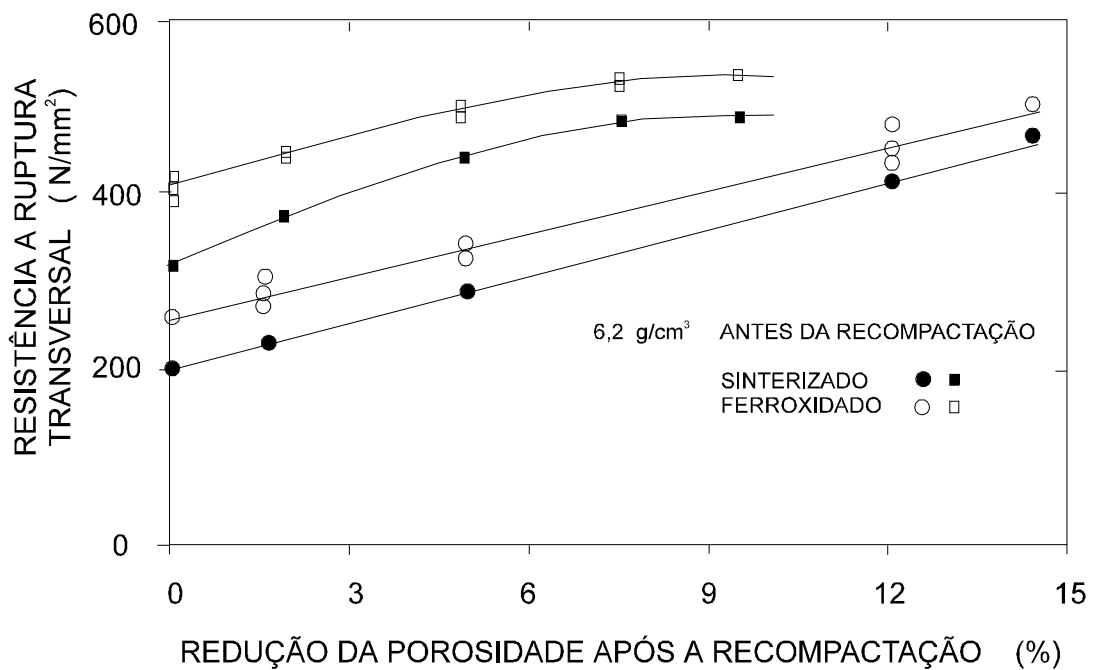
A figura 20 (a) mostra os resultados para a resistência à ruptura transversal de amostras de uma liga Fe (reduzido) + 1.5% Cu + 0.3% C e para amostras de ferro puro atomizado (WPL 200), antes e após a ferroxidação, em função da densidade. (BEISS, P., 1990)

Pode-se perceber como a resistência a ruptura transversal é dependente da densidade (mesmo nas peças não tratadas) e poderia-se justificar a melhoria da resistência a ruptura transversal após a ferroxidação pelo fato do tratamento aumentar a densidade das peças. (BEISS, P., 1990)

Os resultados da resistência à ruptura transversal, de corpos de prova tipo cotonete (MPA) recompactados são apresentados na figura 20 (b), onde a resistência a ruptura transversal é plotada versus a redução percentual da porosidade após a recompactação. Os resultados correspondem a duas ligas ensaiadas antes e após a ferroxidação. A densidade antes da recompactação era de 6.2 g/cm^3 . (BEISS, P., 1990)



(a)



(b)

Figura 20 - (a): Limite de ruptura transversal versus a densidade antes e após a ferroxidação.

(b): Limite de ruptura transversal para amostras recompactadas. (BEISS, P., 1990)

2.10.4 - Ensaio de fadiga.

Em ensaios de flexão plana com amostras do tipo RCT (Round Compact Tension), foram medidos os limites de fadiga para 10 ciclos, e taxa de propagação de trincas, com $R = K_{min}/K_{max} = \sigma_{max}/\sigma_{min} = 0.1$. (LEDOUX, L., et al., 1990; VÁRIOS AUTORES, 1990)

Os resultados indicam que o limite de resistência à fadiga é melhorado pela ferroxidação. Esta melhora aumenta com a porosidade inicial das amostras e, é maior para as peças produzidas com pó de ferro reduzido. (LEDOUX, L., et al., 1990; VÁRIOS AUTORES, 1990)

A figura 21 mostra que o limite de resistência à fadiga aumenta com o ganho em peso. O início de uma trinca está ligado com as fraturas locais na fase óxida. (LEDOUX, L., et al., 1990; VÁRIOS AUTORES, 1990)

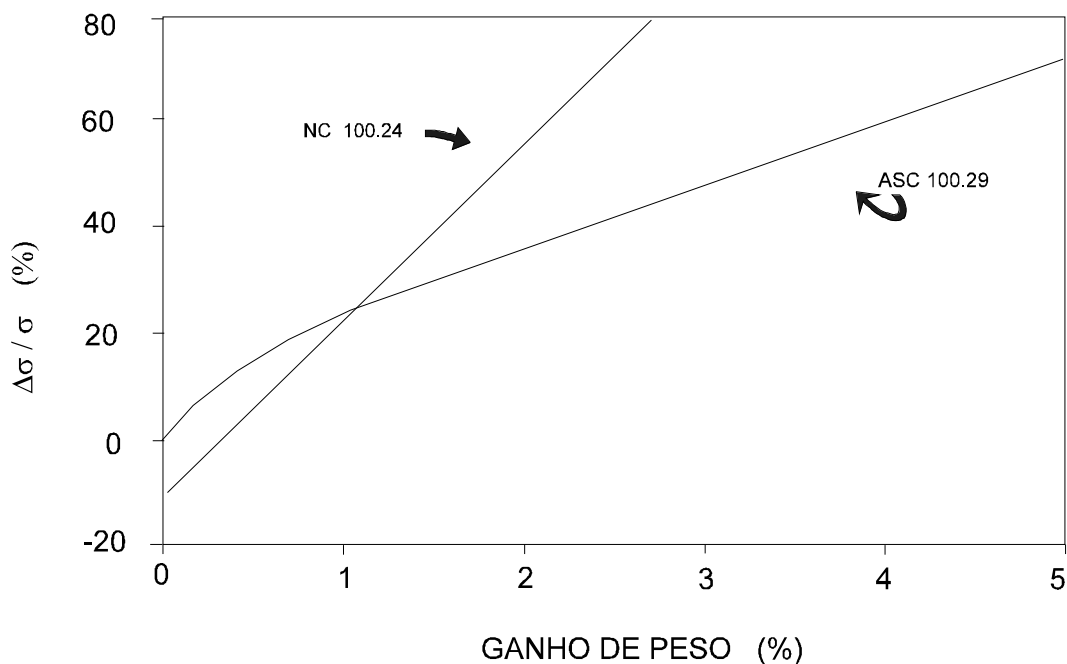


Figura 21 - Limite de fadiga versus o ganho em peso.
(VÁRIOS AUTORES, 1990)

As taxas de propagação das trincas foram medidas em duas amostras de alta porosidade, uma de cada material (ASC 100.29 e NC 100.24). Foi encontrado que as taxas de propagação para o pó de ferro NC 100.24 foram menores

após a ferroxidação, mas para o pó ASC 100.29 elas ficaram praticamente inalteradas. As pré-trincas presentes no material que poderiam iniciar a propagação de trincas não se expandem durante a ferroxidação. (LEDOUX, L., et al., 1990; VÁRIOS AUTORES, 1990)

Observando uma trinca na superfície de uma amostra (junto a sua ponta), verifica-se que ela se propaga onde o teor de óxido é máximo. O óxido fratura, mas a matriz de ferro, que não é completamente rompida, é altamente deformada entre duas zonas óxidas. (LEDOUX, L., et al., 1990; VÁRIOS AUTORES, 1990)

A evolução da falha é similar ao o que é observado durante uma carga de tração. Na frente da ponta da trinca a fase óxida não pode acomodar a deformação local e quebra; a matriz de ferro é então deformada localmente entre os poros e controla a taxa de propagação das trincas. (LEDOUX, L., et al., 1990; VÁRIOS AUTORES, 1990)

2.11 - CONSIDERAÇÕES FINAIS DA REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.

Os resultados encontrados permitem as seguintes conclusões sobre o processo de ferroxidação.

A quantidade de óxido de ferro formado no tratamento de ferroxidação depende da quantidade, forma e grau de contiguidade dos poros (rede de poros interligados). Desta forma, indiretamente, têm influência o tamanho de partícula, distribuição e morfologia do pó de ferro, a pressão de compactação usada e a temperatura de sinterização.

O tipo de óxido de ferro formado depende da temperatura de ferroxidação.

A quantidade de óxido resultante depende principalmente da densidade inicial das peças e da temperatura e, em menor grau, do tempo de ferroxidação.

Em relação às propriedades mecânicas das peças ferroxidadas, verifica-se que não há um consenso quanto a influência do processo sobre o Limite de resistência a Tração.

3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E ANÁLISE DOS PÓS UTILIZADOS

3.1 - APRESENTAÇÃO.

No presente capítulo serão descritos os procedimentos experimentais que se fizeram necessários ao desenvolvimento do trabalho.

Cabe salientar que, apesar de não se tratar de um capítulo destinado a análise e/ou discussão de resultados, serão apresentados alguns resultados referentes à caracterização das matérias-primas, uma vez que os mesmos servirão de base para a definição de parâmetros necessários às etapas finais da produção das amostras.

3.2 - INTRODUÇÃO.

O material a ser utilizado no presente trabalho, ferro puro sinterizado, pode ser considerado bifásico, possuindo uma matriz de Ferro- α na qual esta distribuída a segunda fase, constituída pelos poros, que são, a rigor, vazios (no sentido de ausência de matéria); no entanto, sua forma, tamanho e distribuição, interferem diretamente nas propriedades do material; por isso podem ser tratados como uma segunda fase.

Como a este material não são aplicáveis tratamentos térmicos, existem duas formas práticas e de uso industrial, para variar sua microestrutura, quais sejam: variar a quantidade e o tamanho dos poros, via carga de compactação (ou uso de dupla compactação); e variar a morfologia dos poros, via alteração da forma das partículas do pó de ferro. A forma das partículas de um tipo de pó é determinada por seu processo de fabricação.

Visando obter microestruturas diferenciadas nas amostras, utilizou-se dois tipos de pós de ferro, sendo um produzido pelo processo de atomização, e outro pelo processo de redução, ambos produzidos pela empresa Hoeganaes. Com os dois pós, produziram-se amostras em distintos níveis de porosidade.

3.3 - CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA.

O conhecimento e a descrição das propriedades dos pós de ferro utilizados na produção de componentes mecânicos, é fundamental para o entendimento e controle do seu processo de fabricação, bem como para a garantia da reprodutibilidade do produto acabado.

3.3.1 - Propriedades físicas.

a) Morfologia dos pós.

O melhor meio para se averiguar a morfologia das partículas de um pó é observá-lo em um microscópio eletrônico de varredura, pois este equipamento produz uma imagem tridimensional. Os dois tipos de pós de ferro utilizados possuem diferente morfologia de partículas, em função dos distintos processos de fabricação.

As figuras 22 e 23 evidenciam a diferença existente, mostrando a geometria tendendo à esférica do pó atomizado, ANCORSTEEL1000C, e a irregular do pó reduzido, ANCOR MH-100. Observa-se também a diferença entre os tamanhos de suas partículas, que será quantificado pela determinação das suas distribuições de tamanhos de partículas.

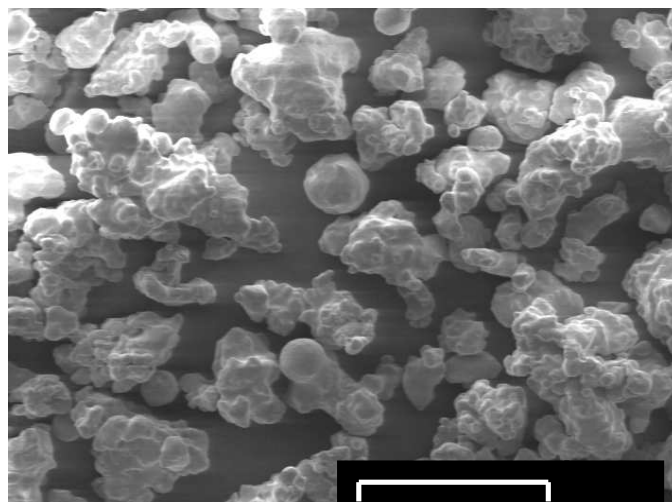


Figura 22 - Morfologia do pó atomizado (MEV).

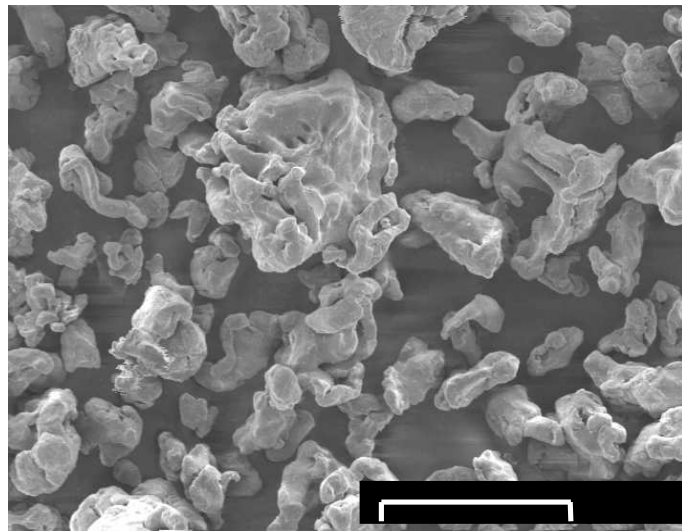


Figura 23 - Morfologia do pó reduzido (MEV).

b) Distribuição granulométrica.

Os pós de ferro apresentam uma faixa de distribuição do tamanho de partículas relativamente larga, o que é desejado, pois assim consegue-se um melhor empacotamento das partículas na cavidade da matriz de compactação, pelo fato das partículas menores ocuparem os interstícios das maiores. Isto resulta em maior densidade aparente e, após o enchimento da matriz, maior densidade a verde do compactado. Fato importante, pois a compactação é a principal etapa de densificação, no processo produtivo dos aços via metalurgia do pó. A etapa de sinterização simplesmente consolida o material, não densificando a peça.

A determinação da distribuição granulométrica de pós é definida pelas normas MPIF 05, ASTM B 214 ou ISO 4497. A seguir são apresentados os resultados obtidos.

Tabela 1 : Distribuição granulométrica do pó atomizado

PÓ DE FERRO: ANCOR STEEL 1000C				Massa inicial: 100.20g		
PENEIRA (μm)	FAIXA (μm)	m_R (g)		$m_{\%}$ (g)		d_a (μm)
		1	2	1	2	
250	>250	0.18	0.16	0.2	0.2	250.0
180	<250;	7.83	8.72	7.8	8.7	215.0
149	<180;	13.60	11.99	13.6	12.0	164.5
125	<149;	8.72	9.78	8.7	9.8	137.0
75	<125; >75	35.46	36.38	35.4	36.4	100.0
63	<75; >63	9.44	9.19	9.4	9.2	69.0
45	<63; >45	12.91	12.53	12.9	12.5	54.0
PRATO	<45	12.01	11.19	12.0	11.2	22.5
TOTAL		100.15	99.94	100.0	100.0	
PERDA		0.05	0.26			

Tabela 2 : Distribuição granulométrica do pó reduzido.

PÓ DE FERRO: ANCOR MH-100				Massa inicial: 100.01g		
PENEIRA (μm)	FAIXA (μm)	m_R (g)		$m_{\%}$ (g)		d_a (μm)
		1	2	1	2	
250	>250	0.21	0.25	0.2	0.3	250.0
180	<250;	0.49	0.38	0.5	0.4	215.0
149	<180;	5.93	6.88	6.0	6.9	164.5
125	<149;	4.64	4.31	4.7	4.3	137.0
75	<125; >75	37.43	36.04	37.6	36.2	100.0
63	<75; >63	14.75	13.52	14.8	13.6	69.0
45	<63; >45	18.01	20.00	18.1	20.1	54.0
PRATO	<45	18.06	18.12	18.1	18.2	22.5
TOTAL		99.52	99.50	100.0	100.0	
PERDA		0.49	0.51			

Cálculo da massa percentual: $m_{\%} = 100 \frac{m_R}{m_T}$ (25) onde :

$m_{\%}$ - massa percentual.

m_R - massa retida na peneira.

m_T - massa total.

Os resultados da distribuição granulométrica, são melhores visualizados na forma de gráficos de frequência, como na figura 24.

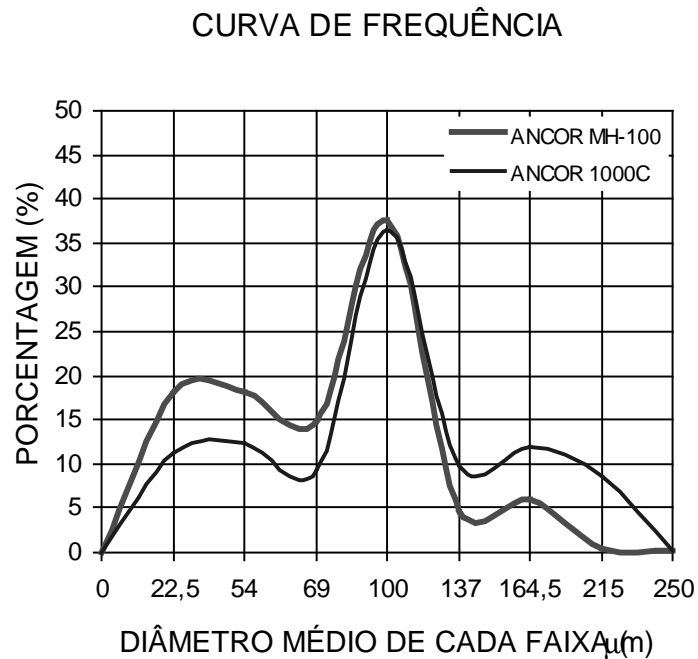


Figura 24 - Distribuição por frequência de tamanho das partículas.

Com os resultados das tabelas 1 e 2 é possível ainda calcular o diâmetro médio das partículas. No entanto, com uma distribuição de tamanho de partículas diferente da distribuição normal, como é o caso dos pós de ferro aqui utilizados, o valor do diâmetro médio, não possui nenhum significado prático. Mesmo assim os valores calculados são apresentados, a título de ilustração, na tabela 3.

Tabela 3 - Diâmetro médio do tamanho das partículas.

	DIÂMETRO MÉDIO (μm)		
	AMOSTRA 1	AMOSTRA 2	MÉDIA
PÓ ATOMIZADO	103.25	104.27	103.76
PÓ REDUZIDO	79.09	78.91	79.00

O tamanho médio das partículas dos pós foi calculado através da seguinte expressão:

$$d = \sum_{i=1}^n \frac{m_R d_{ai}}{100} \quad (26)$$

onde:

m_R - fração de massa retida na peneira.

d_{ai} - diâmetro médio de cada faixa de tamanho.

3.3.2 - Propriedades tecnológicas.

As três características descritas a seguir, são denominadas propriedades tecnológicas do pó, pois interferem diretamente no processo de produção, mais especificamente, na etapa de compactação dos componentes.

a) Escoabilidade e densidade aparente.

A escoabilidade representa o tempo que uma certa massa do pó leva para passar pelo orifício de um funil padronizado; na prática industrial reflete-se no tempo necessário para o enchimento da cavidade da matriz de compactação, o que vai influenciar a produtividade.

A densidade aparente representa a densidade apresentada pelo pó, pela simples ação da força da gravidade, sem estar submetido a qualquer outro esforço. Na prática, representa a densidade que o pó apresenta dentro da matriz de compactação antes da aplicação da carga compressiva. Ela é fundamental para calcular-se a altura de enchimento da matriz, através do Fator de Compactação, para obter-se a densidade desejada em um determinado componente.

A escoabilidade e a densidade aparente são influenciadas, principalmente, pela distribuição do tamanho e pela forma das partículas do pó em questão.

A Determinação da escoabilidade de pós deve seguir a norma MPIF 03 ou ASTM B 213, e a da densidade aparente a norma MPIF 04 ou ASTM B 212.

Estas propriedades foram medidas em duas situações para cada um dos pós, uma no estado de fornecimento e outra, os misturando com o lubrificante sólido utilizado na compactação (0.8% de estearato de zinco, em peso).

Os resultados médios de três medidas, obtidos para os dois pós sem o lubrificante sólido podem ser vistos na tabela 4, e para quando misturados com o estearato, na tabela 5.

Tabela 4: Escoabilidade e densidade aparente dos pós sem o lubrificante.

	PÓ DE FERRO			
	ANCORSTEEL 1000C (ATOMIZADO)		ANCOR MH-110 (REDUZIDO)	
	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO
ESCOABILIDADE (s/50g)	23.40	0.17	29.49	0.19
DENS. APARENTE (g/cm³)	3.02	0.03	2.58	0.02

Tabela 5: Escoabilidade e densidade aparente dos pós com o lubrificante.

	PÓ DE FERRO			
	ANCORSTEEL1000C (ATOMIZADO)		ANCOR MH-110 (REDUZIDO)	
	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO
ESCOABILIDADE (s/50g)	23.47	0.11	23.77	0.15
DENS. APARENTE (g/cm³)	3.40	0.03	3.03	0.02

Pode-se perceber que a adição do estearato de zinco aumenta a densidade aparente dos pós, uma vez que diminuí o atrito entre as partículas dos pós facilitando o empacotamento.

b) Compatibilidade ou compressibilidade.

A compatibilidade representa a capacidade de densificação de um determinado pó quando submetido à compressão a frio. O resultado do ensaio é plotado em um gráfico que apresenta a densidade obtida para uma determinada tensão compressiva.

A curva de compressibilidade de um pó serve de orientação para verificar-se a viabilidade de sua aplicação a um componente mecânico com determinada densidade. Verifica-se, no gráfico, qual a tensão necessária para atingir-se a densidade desejada, e aplicando-a sobre a área do componente, determina-se a

carga compressiva requerida da prensa de compactação. Pode ocorrer que a carga requerida extrapole a capacidade da prensa disponível. Caso isto ocorra, torna-se necessário encontrar um pó de maior compressibilidade ou partir para a técnica de dupla compactação.

A determinação da compatibilidade de pós deve seguir a norma MPIF 45 ou ASTM B 331

Os resultados obtidos são apresentados na figura 25.

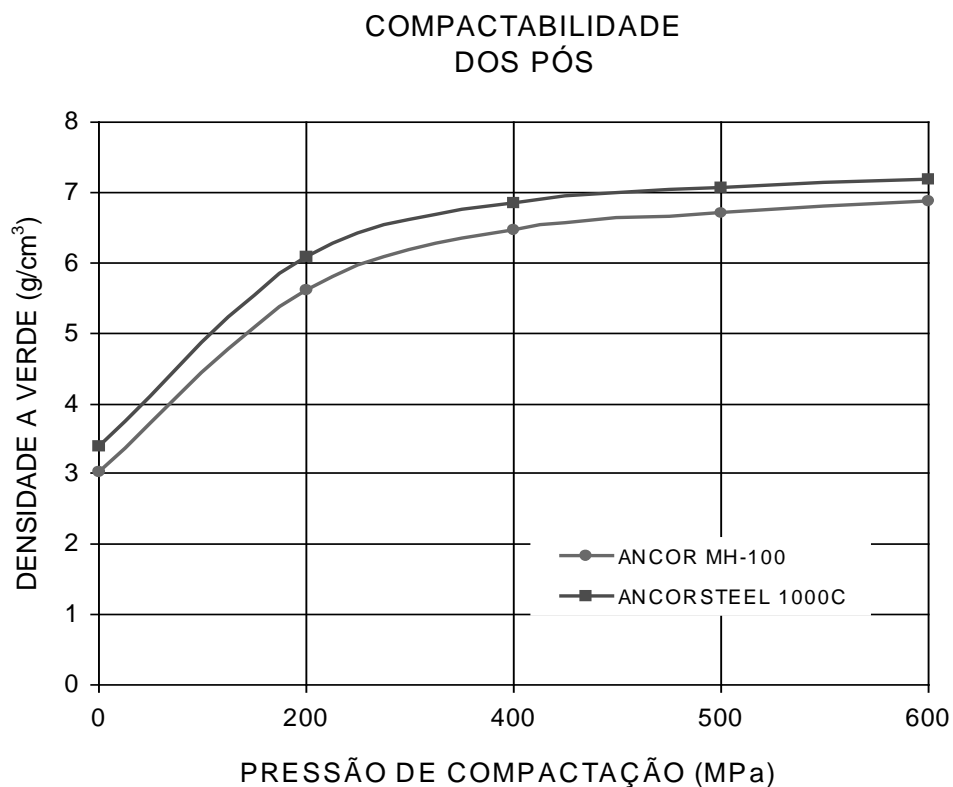


Figura 25 - Curva de compatibilidade dos pós de ferro.

Pode-se observar que o pó reduzido alcança uma menor densidade a verde do que o pó atomizado, em função do formato mais irregular das partículas e da

maior superfície específica livre; Pelas mesmas razões, a densidade aparente deste pó também é menor do que a do pó atomizado.

3.4 - COMPACTAÇÃO DAS AMOSTRAS.

As amostras foram compactadas na forma de corpos de prova adequados à realização de ensaios de tração. As dimensões e tolerâncias para os corpos de prova são definidas pelas normas MPIF 10, ISO2740 ou ASTM E8. A geometria e as dimensões destes corpos de prova tipo “cotonetes” (MPA), são mostradas na figura 26.

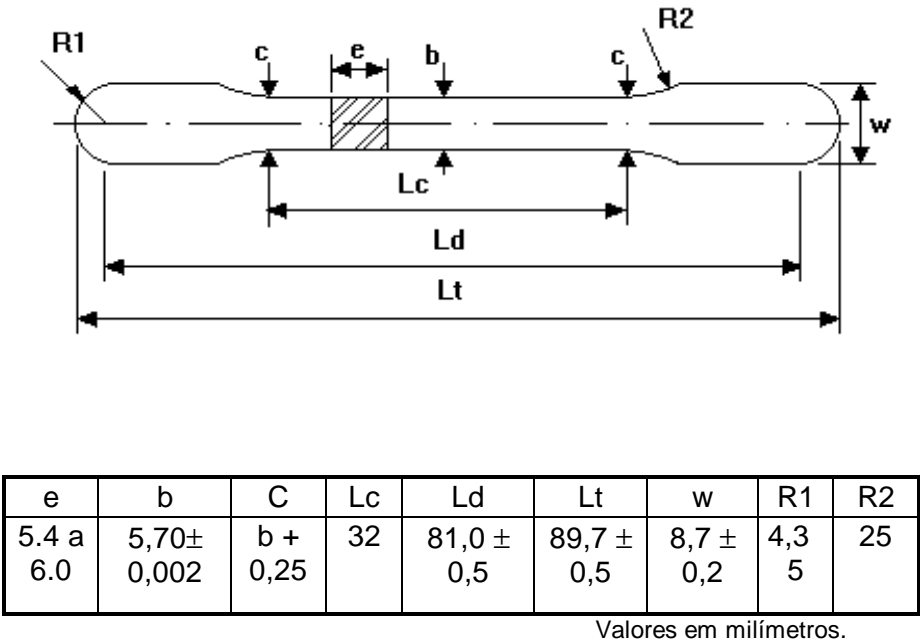


Figura 26 - Geometria e dimensões dos corpos de prova tipo cotonete.

Antes da compactação misturou-se aos pós de ferro 0.8% em peso de estearato de zinco, (lubrificante sólido). A adição de lubrificante tem por objetivo diminuir o atrito entre as partículas e as paredes da matriz durante a compactação, bem como, reduzir a carga de extração do compactado. Além disso, o lubrificante diminuiu o atrito entre as partículas do pó aumentando sua densidade aparente e reduzindo os gradientes de densidade decorrentes de perda de carga na massa de pó devido ao atrito entre as partículas.

As amostras foram compactadas em uma prensa automática controlada por fim de curso, com matriz de duplo efeito que produz uma melhor distribuição de densidade ao longo da amostra. A vantagem de se controlar a compactação pelo fim de curso do punção, reside no fato de obter-se peças com grande precisão e reprodutibilidade dimensional em sua altura, sendo esta a prática industrial.

Produziram-se amostras com os dois tipos de pós, em três níveis de densidade, segundo a seguinte classificação:

- Baixa densidade: 6.4 a 6.6 g/cm³.
- Média densidade: 6.6 a 6.8 g/cm³.
- Alta densidade: 6.8 a 7.2 g/cm³.

Para determinar a carga necessária, utilizou-se as curvas de compactabilidade dos pós da figura 25. Pelos resultados obtidos percebe-se que o pó ANCOR MH-100 apresenta uma densidade máxima, em 600 MPa, de aproximadamente 6.8g/cm³. Considerando a área do corpo de prova, a carga necessária para produzir uma tensão de 600 MPa ficou próxima à capacidade máxima da prensa. Portanto descartou-se a produção de amostras de alta densidade para o pó reduzido (ANCOR MH-100).

Os níveis de densidade para cada pó ficaram, então, assim distribuídos:

- ANCORSTEEL1000C: - Baixa densidade: 6.4 a 6.6 g/cm³.
- Média densidade: 6.6 a 6.8 g/cm³.
- Alta densidade: 6.8 a 7.2 g/cm³.
- ANCOR MH-100: - Baixa densidade: 6.4 a 6.6 g/cm³.
- Média densidade: 6.6 a 6.8 g/cm³.

Definidas as densidades desejadas, o próximo passo foi calcular as alturas de enchimento da matriz para cada nível de densidade, isoladamente, para cada um dos tipos de pós.

O valor das alturas de enchimento é obtido com base no fator de compactação, assim definido:

$$Fc = \frac{\rho_v}{\rho_a} = \frac{H_i}{H_f} \quad (27)$$

onde : ρ_v - densidade a verde (desejada).

ρ_a - densidade aparente.

H_i - altura de enchimento.

H_f - altura final do corpo de prova.

Rearranjando a equação temos:

$$H_i = H_f \frac{\rho_v}{\rho_a} \quad (28)$$

A altura final dos corpos de prova foi definida em 6.0 mm; com o valor da densidade aparente de cada pó (tabela 5), calculou-se as alturas de enchimento para cada situação. Foram compactados então 20 amostras em cada condição.

3.5 - SINTERIZAÇÃO.

Todos os corpos de prova foram sinterizados nas mesmas condições em um forno industrial contínuo. A sinterização das amostras foi realizada juntamente com peças industriais da linha de produção.

As condições utilizadas foram :

Temperatura de sinterização: 1130 °C.

Tempo de sinterização: 45 min.

Atmosfera de sinterização: Redutora.

3.6 - FERROXIDAÇÃO.

Metade de cada lote dos corpos de prova sinterizados foi então, levado ao forno de ferroxidação. Da mesma forma que a sinterização, a ferroxidação foi realizada com todas as amostras em uma carga de peças na linha de produção.

As condições de ferroxidação foram:

Temperatura de ferroxidação: 540 °C.

Tempo de ferroxidação: 2 horas.

3.7 - CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS.

As amostras sinterizadas e ferroxidadas (por questão de simplificação, as amostras somente sinterizadas serão referidas simplesmente como **sinterizadas**; e as amostras sinterizadas e submetidas à ferroxidação, simplesmente por **ferroxidadas**) foram analisadas por meio de microscopia ótica, identificando-se as fases presentes no material e determinando-se a espessura da camada óxida.

Utilizando-se um Analisador de Imagens quantificou-se a porcentagem em área das fases.

3.8 - ENSAIOS MECÂNICOS.

3.8.1 - Ensaio de dureza.

Os ensaios de dureza foram realizados em durômetro Herkert, com penetrador Vickers, aplicando-se uma carga de 30 kgf. Foram utilizadas duas amostras por condição.

3.8.2 - Ensaio de tração.

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina MTS, na qual os corpos de prova foram fixados por garras hidráulicas. O ensaio foi realizado com controle de carga, sendo esta de 20 kgf/s, obtendo-se gráficos de carga versus

deslocamento, através dos quais determinou-se as propriedades mecânicas das amostras. Foram ensaiadas 5 amostras por condição, considerando-se este número suficiente, em vista da pequena dispersão dos resultados.

3.9 - ENSAIO DE ADESIVIDADE DA CAMADA -ESCLERÔMETRIA.

3.9.1 - Apresentação.

Neste item apresenta-se uma descrição da técnica esclerométrica (“adhesion scratch testing”) utilizada com o objetivo de avaliar a influência dos distintos níveis de porosidade das amostras sinterizadas e ferroxidadas, sobre a aderência, ou adesividade, da camada superficial de ferro ao substrato de ferro.

Os ensaios de adesividade foram realizados em um equipamento projetado e desenvolvido pelo Laboratório de Tribologia e Materiais da Universidade Federal de Uberlândia/MG. Este Grupo de Pesquisa utiliza a técnica esclerométrica a alguns anos, principalmente no estudo dos fenômenos envolvidos no desgaste abrasivo.

A utilização do “scratch test” em materiais sinterizados dúcteis e revestidos com uma camada frágil, em estudo neste trabalho, não encontra referências na literatura. A maioria dos trabalhos existentes, tratam de estudos de adesividade de revestimentos de nitreto de Titânio (TiN) em ferramentas de corte.

Portanto, a realização dos testes em amostras ferroxidadas são encarados como preliminares, objetivando avaliar uma determinada condição de ensaio e o próprio equipamento utilizado. Os resultados servirão de subsídio na realização de trabalhos mais sistemáticos sobre a influência do tamanho e distribuição dos poros do ferro sinterizado sobre a adesividade da camada de ferro.

3.9.2 - Breve descrição da técnica esclerométrica.

A esclerometria é uma técnica bastante usada na análise experimental do estudo de processos de desgaste abrasivo, consistindo em uma abordagem local do

fenômeno. A abordagem global do processo de desgaste abrasivo, utiliza técnicas abrasométricas, na qual são realizados ensaios do tipo Roda de Borracha, Pino sobre Disco, entre outros, nos quais uma área grande das amostras é desgastada sob condições controladas.(NOGUEIRA, R.E.F.Q., et al., 1988)

Resumidamente, em uma experiência esclerométrica, o desgaste abrasivo é estudado através de contatos elementares supostos independentes. As partículas abrasivas são simuladas por penetradores duros de geometria simples, geralmente opostos a superfícies preparadas metalograficamente. Estas condições muito embora idealizadas, permitem a utilização de modelos simples, podendo contribuir efetivamente para a compreensão de aspectos fundamentais do processo abrasivo. (NOGUEIRA, R.E.F.Q., et al., 1988)

O ensaio consiste em deslocar um indentador, normalmente uma pirâmide de diamante, simulando uma aspereza, sobre a superfície da amostra em um determinado comprimento. Simultaneamente sobre o indentador é aplicada uma carga que pode ser constante (esclerômetro de carga incremental) ou uma carga que vai aumentando simultaneamente com o deslocamento.

As forças atuantes sobre a superfície, isto é, os esforços normais, laterais e tangenciais são medidos. Dentre os parâmetros esclerométricos passíveis de serem definidos, os principais são a pressão média resistente a penetração, normalmente chamada de Dureza ao Risco (**Hs** - equação 29) , e a energia necessária para movimentar uma unidade de volume de matéria, ou seja, a energia específica (**e** - equação 30).

$$\mathbf{Hs = Fn/An = k1 Fn/L^2} \quad (29)$$

$$\mathbf{e = Ft/At = k2 Ft/L^2} \quad (30)$$

An e **At** são projeções da área de contato nas direções **Fn** e **Ft**, respectivamente. **k1** e **k2** são constante relativas à geometria do indentador e **L** é a largura do risco. (NOGUEIRA, R.E.F.Q., et al., 1988)

Os testes de adesividade de camadas superficiais (“adhesion scratch testing”) utilizando a técnica esclerométrica, diferencia-se do teste de desgaste abrasivo, pelo tipo de indentador utilizado.

No ensaio de adesividade utiliza-se um indentador esférico, procurando-se determinar a carga normal aplicada (carga crítica) que ocasiona a separação da camada do seu substrato. Os parâmetros esclerométricos, como a dureza ao risco, continuam passíveis de determinação.

A determinação do momento e/ou posição da decoesão/desplacamento/destacamento da camada superficial do substrato, pode ser determinada com o auxílio de um detector acústico fixado ao indentador esférico, pois no instante do destacamento da camada há uma liberação de energia, que normalmente é transformada, em parte, em picos de ruído.

A figura 27 mostra esquematicamente a região do ensaio.

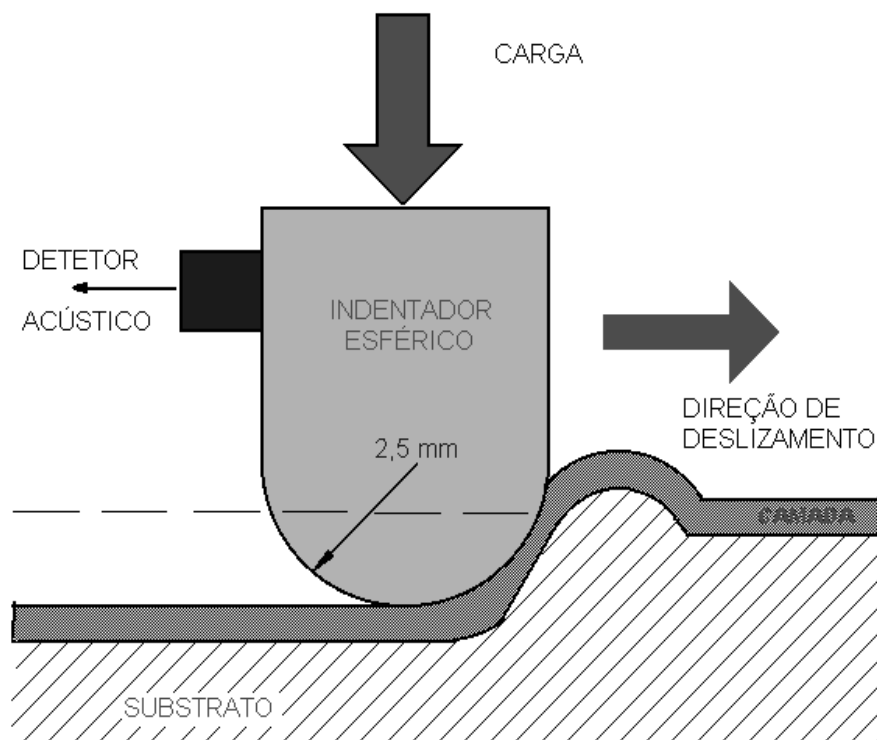


Figura 27 - Esquema da região do ensaio de adesividade.

3.9.3 - Testes de adesividade.

Cada uma das condições das amostras foi submetida a três ensaios (riscos), e a distância percorrida pelo indentador esférico, foi de 12 mm. O esclerômetro utilizado não aplica a carga Normal diretamente, mais sim, promove o deslocamento vertical do indentador, sendo o esforço aplicado decorrente deste deslocamento. O esquema da figura 28 mostra o perfil da trajetória do indentador esférico, a partir do contato com a superfície das amostras ferroxidadas.

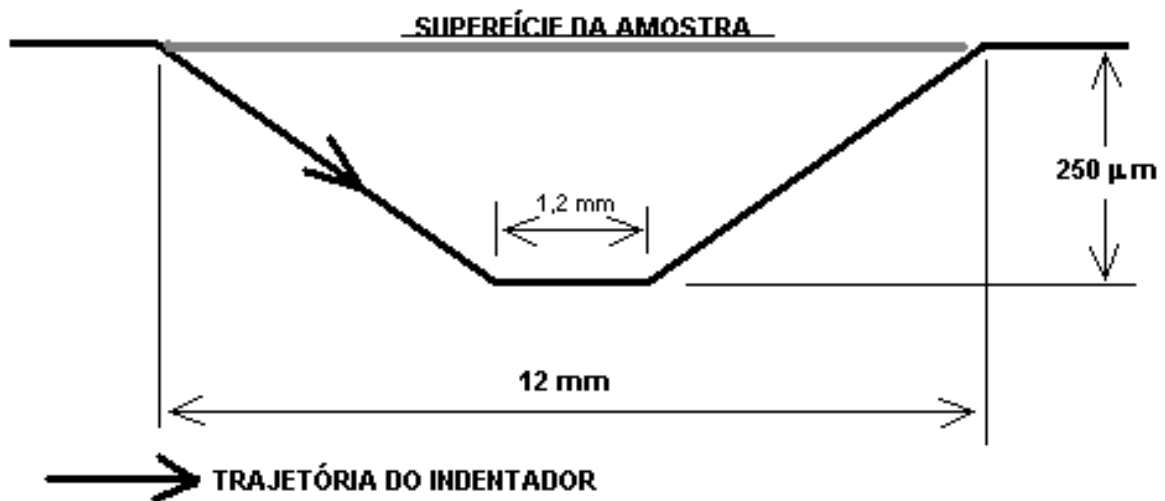


Figura 28 - Perfil da trajetória do indentador em cada ensaio (risco).

O gráfico da figura 29 é um exemplo dos resultados dos esforços obtidos em cada ensaio.

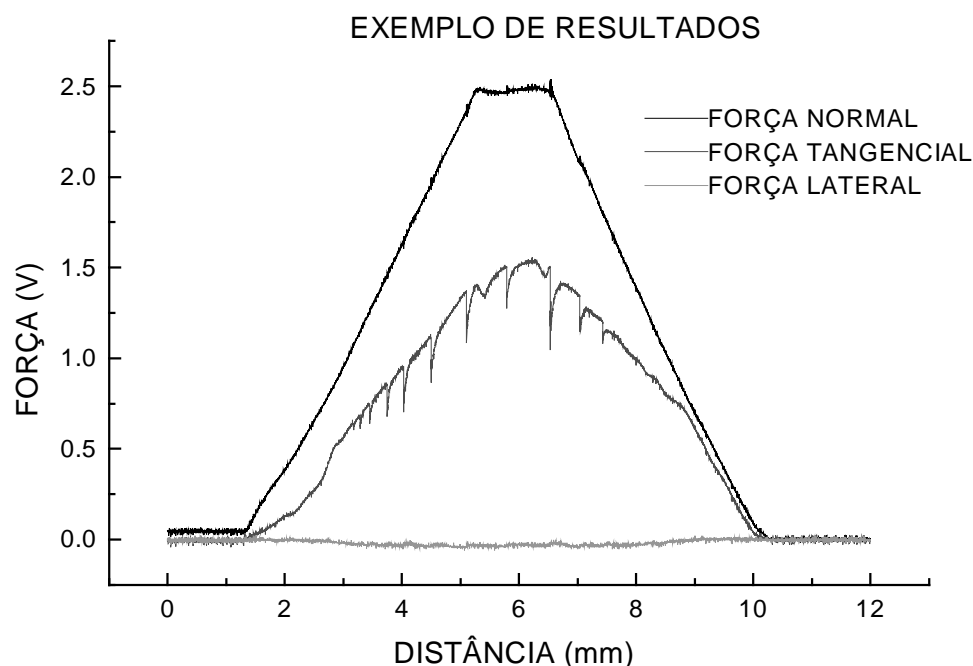


Figura 29 - Exemplo característico dos resultados fornecidos pelo esclerômetro, para as cargas aplicadas.

Outros resultados típicos deste ensaio seriam os gráficos gerados pelo detector acústico, que associaria o deslocamento, mais diretamente, o tempo decorrido do deslocamento com os sinais de som emitidos durante o ensaio. Como a decoesão ou deslocamento da camada gera um sinal sonoro diferenciado, seria possível determinar a posição em que ocorreu a falha da camada. Com o valor da posição determina-se, através do gráfico da figura 29, o valor da força normal crítica para a perda de adesividade da camada ferroxidada.

No entanto, como o esclerômetro utilizado para os ensaios encontrava-se em fase inicial de operação, os resultados dos sinais acústicos não se mostraram representativos, uma vez que o sistema requer uma calibração adequada, procedimento este, laborioso e em fase de execução.

Portanto, as análises dos resultados baseiam-se em parâmetros esclerométricos e observações das regiões deformadas (riscos) em microscópio eletrônico de varredura.

4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES.

Neste capítulo são apresentados e discutidos todos os resultados referentes a cada etapa do trabalho.

4.1 - CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS.

A caracterização das amostras foi dividida em duas etapas, uma caracterização macroscópica e outra microscópica. Na macroscópica determinou-se a massa e a densidade. Na microscópica realizou-se a identificação das diferentes fases do material, a medida da espessura da camada óxida (nas ferroxidadas), e a quantificação do percentual em área das fases, com o auxílio de um Analisador de Imagens da Buehler.

4.1.1 - Amostras sinterizadas.

A massa medida nas amostras sinterizadas pode ser vista na tabela 6; seu conhecimento é necessário para posterior cálculo do ganho em peso (massa) causado pela ferroxidação.

Tabela 6 : Massa das amostras sinterizadas em cada nível de densidade.

AMOSTRA	ANCORSTEEL 1000C (g)			ANCOR MH-100(g)		← NÍVEL DENS
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	24.52	26.14	27.80	24.81	26.58	
2	24.52	26.16	27.80	24.81	26.58	
3	24.52	26.17	27.81	24.81	26.58	
4	24.53	26.17	27.81	24.81	26.58	
5	24.53	26.17	27.81	24.82	26.58	
6	24.53	26.17	27.81	24.83	26.60	
7	24.54	26.17	27.82	24.84	26.63	
8	24.54	26.18	27.83	24.84	26.63	
9	24.54	26.18	27.83	24.85	26.63	
10	24.54	26.19	27.83	24.85	26.65	
MÉDIA	24.531	26.170	27.815	24.827	26.604	
DES. PADRÃO	0.009	0.013	0.012	0.017	0.028	

Para a obtenção da densidade das amostras sinterizadas, o volume foi calculado a partir das dimensões dos corpos de prova; os resultados podem ser vistas na tabela 7.

Tabela 7 : Densidade das amostras sinterizadas em cada nível de densidade.

AMOSTRA	ANCORSTEEL 1000C (g/cm ³)			ANCOR MH-100 (g/cm ³)		← NÍVEL DENS
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	6.336	6.754	7.183	6.411	6.868	
2	6.336	6.760	7.183	6.411	6.868	
3	6.336	6.762	7.186	6.411	6.868	
4	6.338	6.762	7.186	6.411	6.868	
5	6.338	6.762	7.186	6.413	6.868	
6	6.338	6.762	7.186	6.416	6.873	
7	6.341	6.762	7.189	6.419	6.881	
8	6.341	6.765	7.191	6.419	6.881	
9	6.341	6.765	7.191	6.421	6.881	
10	6.341	6.767	7.191	6.421	6.886	
MÉDIA	6.338	6.762	7.187	6.415	6.874	
DES. PADRÃO	0.002	0.003	0.003	0.004	0.007	

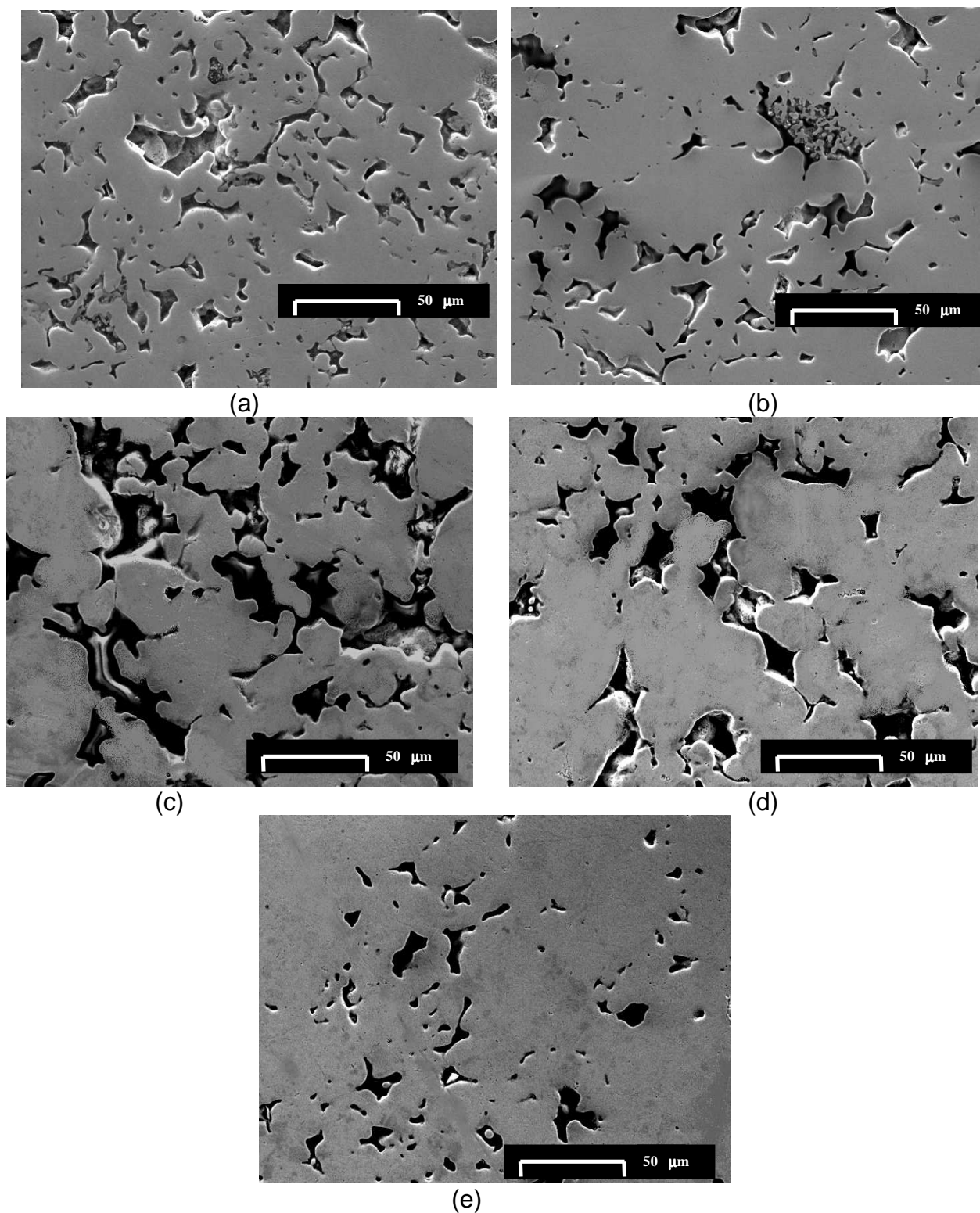


Figura 30 : Microestrutura das amostras após sinterização(MEV).
a)reduzido-baixa densidade; b)reduzido-média densidade;
c)atomizado-baixa densidade; d)atomizado-média densidade;
e)atomizado-alta densidade.

As fotografias mostradas na figura 30(a, b, c, d, e), evidenciam a microestrutura das amostras sinterizadas, nas quais visualizamos a matriz de Ferro- α (clara) e os poros (escuro). Percebe-se claramente a diminuição do nível de porosidade com o aumento da densidade das amostras, bem como a diferente morfologia dos poros quando se comparam as amostras obtidas com o pó produzido por redução, com aquelas obtidas com o pó produzido por atomização.

4.1.2 - Caracterização das amostras após ferroxidação.

Os resultados das medições da massa das amostras ferroxidadas são apresentados na tabela 8. O ganho em peso foi calculado pela diferença entre a massa das amostras após ferroxidação e a massa das amostras no estado sinterizado.

Tabela 8 : Massa das amostras ferroxidadas em cada nível de densidade.

AMOSTRA	ANCORSTEEL 1000C (g)			ANCOR MH-100(g)		← NÍVEL DENS
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	25.53	26.89	28.12	25.64	26.99	
2	25.53	26.89	28.12	25.65	26.99	
3	25.53	26.89	28.13	25.65	27.00	
4	25.53	26.89	28.13	25.65	27.00	
5	25.54	26.89	28.13	25.66	27.00	
6	25.54	26.89	28.13	25.66	27.00	
7	25.54	26.92	28.14	25.66	27.00	
8	25.54	26.92	28.14	25.68	27.00	
9	25.55	26.92	28.14	25.68	27.00	
10	25.56	26.93	28.14	25.69	27.01	
MÉDIA	25.539	26.903	28.132	25.662	26.999	
DES. PADRÃO	0.009	0.017	0.008	0.016	0.006	

A densidade das amostras ferroxidadas foi determinada da mesma forma que a das amostras sinterizadas (obtenção do volume por medidas geométricas); os resultados encontram-se na tabela 9.

Tabela 9 : Densidade real das amostras ferroxidadas em cada nível de densidade.

AMOSTRA	ANCORSTEEL 1000C (g/cm ³)			ANCOR MH-100 (g/cm ³)		← NÍVEL DENS
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	6.597	6.948	7.266	6.625	6.974	
2	6.597	6.948	7.266	6.628	6.974	
3	6.597	6.948	7.269	6.628	6.977	
4	6.597	6.948	7.269	6.628	6.977	
5	6.600	6.948	7.269	6.630	6.977	
6	6.600	6.948	7.269	6.630	6.977	
7	6.600	6.956	7.271	6.630	6.977	
8	6.600	6.956	7.271	6.636	6.977	
9	6.602	6.956	7.271	6.636	6.977	
10	6.605	6.959	7.271	6.638	6.979	
MÉDIA	6.599	6.951	7.269	6.631	6.977	
DES. PADRÃO	0.003	0.005	0.002	0.004	0.002	

As fotografias apresentadas na figura 31(a, b, c, d, e), evidenciam a microestrutura das amostras ferroxidadas, nas quais visualiza-se a matriz de Ferro- α (clara), os poros (pretos) e a fase óxida (cinza). Percebe-se claramente a diminuição do nível de porosidade com o aumento da densidade das amostras, mas principalmente o fato das amostras menos densas apresentarem maior quantidade de óxido. A espessura da camada superficial de óxido é praticamente constante (3.5 a 4.0 μm), independente da densidade das amostras.

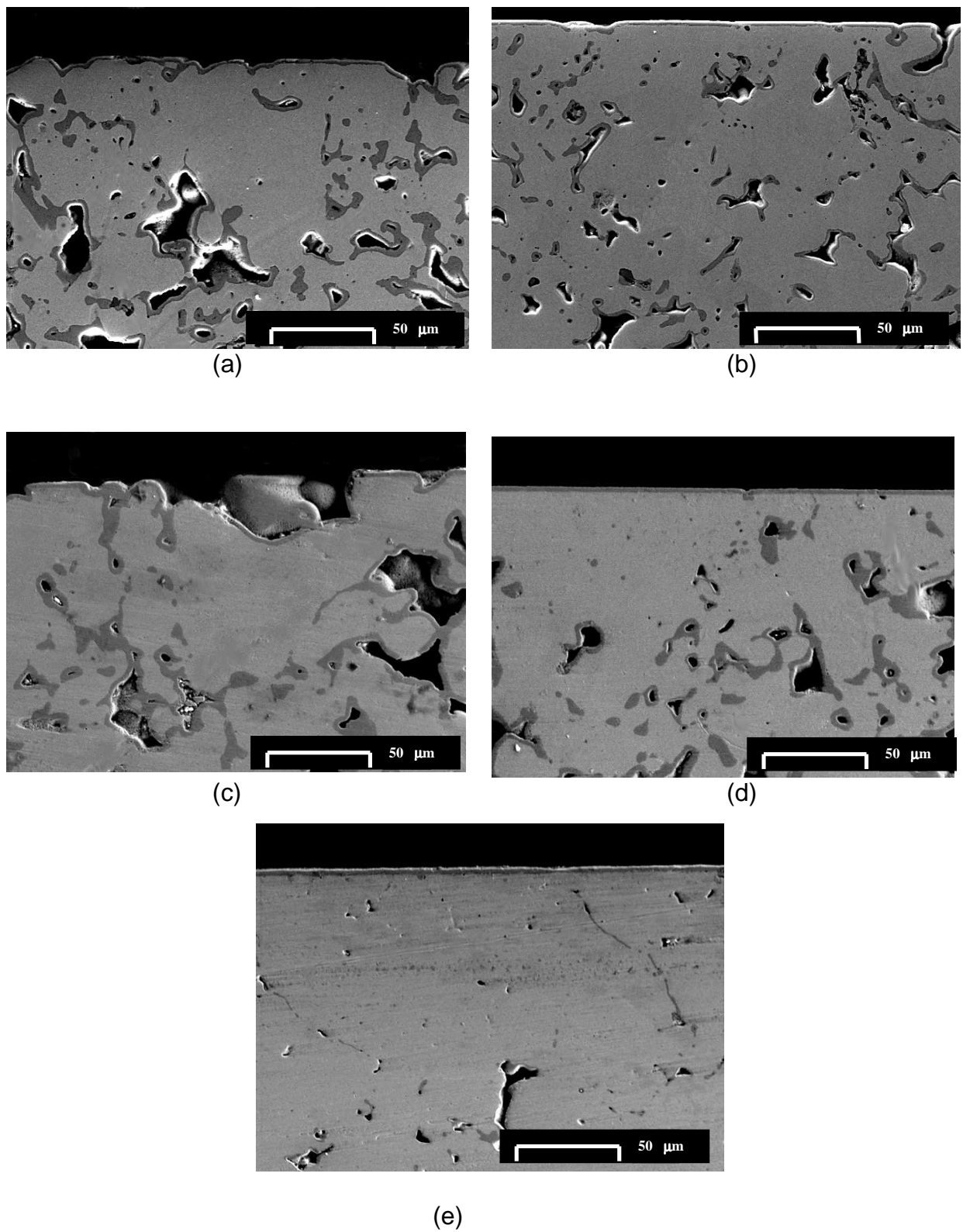


Figura 31 - Microestrutura das amostras ferroxidadas (MEV).
a)reduzido-baixa densidade; b)reduzido-média densidade;
c)atomizado-baixa densidade; d)atomizado-média densidade
e)atomizado-alta densidade.

O percentual em área, dos poros e da fase óxida em cada uma das condições das amostras ferroxidadas, foi determinado utilizando-se um Analisador de Imagens. Foram feitas 10 medidas por amostra, com uma ampliação de 200 vezes; os resultados são apresentados nas tabelas 10 e 11, e na figura 32.

Tabela 10: Percentual em área da porosidade das amostras ferroxidadas.

MEDIDA	ANCORSTEEL 1000C (% em área)			ANCOR MH-100 (% em área)		← NÍVEL DENS
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	6.7847	5.6091	2.5086	7.4914	5.3107	
2	11.983	10.199	2.6931	8.4170	5.1049	
3	4.6450	4.3442	4.0449	6.6495	3.2809	
4	11.208	6.3576	1.5445	6.9864	4.1130	
5	9.3917	4.4679	5.7321	7.9702	2.9357	
6	7.8464	5.0344	4.6303	7.5004	4.9279	
7	8.0193	4.0195	3.1497	8.7646	3.3842	
8	9.1015	5.1263	1.7355	6.5773	6.7167	
9	8.2202	3.1784	4.4122	7.4324	6.0100	
10	8.0398	5.4484	2.5881	5.1418	5.4345	
MÉDIA	8.5240	5.3385	3.3039	7.2931	4.7218	
DES. PADRÃO	2.0915	1.9156	1.3552	1.0348	1.2521	

Tabela 11: Percentual em área da fase óxida das amostras ferroxidadas.

MEDIDA	ANCORSTEEL 1000C (% em área)			ANCOR MH-100 (% em área)		← NÍVEL DENS
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	12.803	9.8557	3.8433	17.031	10.978	
2	14.251	9.8229	4.4007	25.767	11.140	
3	13.587	10.271	3.8867	23.303	11.153	
4	15.466	10.025	3.8203	16.554	10.161	
5	16.670	9.8426	3.6227	17.383	12.086	
6	16.924	9.4581	4.9475	15.220	8.7375	
7	14.328	9.8516	2.7914	16.753	9.8664	
8	13.591	11.106	3.4473	14.753	10.458	
9	13.763	9.2933	3.6990	19.857	10.901	
10	14.996	10.147	3.5686	21.932	8.4940	
MÉDIA	14.638	9.2933	3.8028	18.855	10.397	
DES. PADRÃO	1.3641	0.49444	0.57001	3.7011	1.1197	

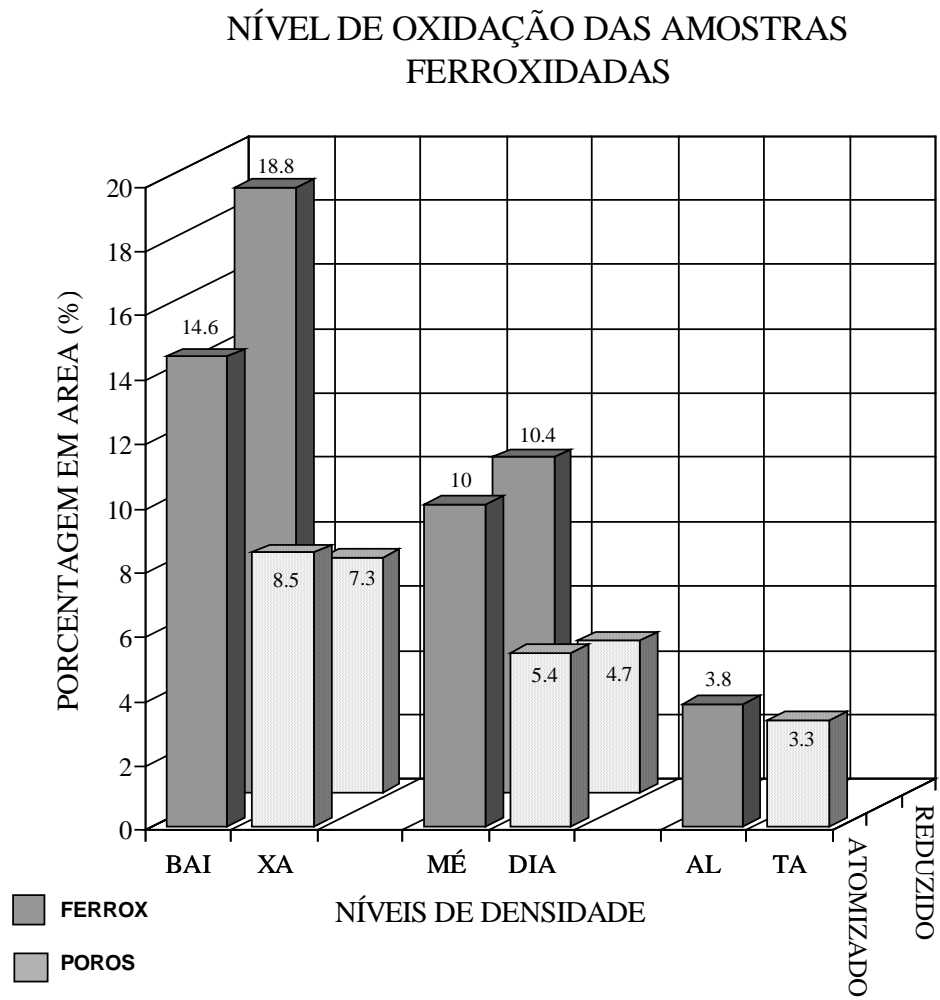


Figura 32 - Porcentagem em área das fases das amostras ferroxidadas.

4.1.3 - Análise comparativa entre as amostras.

A seguir é apresentado um quadro comparativo, na tabela 12, entre as características médias das amostras sinterizadas e das amostras ferroxidadas.

Tabela 12 : Resumo das características das amostras.

		ESTADO DAS AMOSTRAS					GANHO EM PESO (%)
		SINTERIZADAS		FERROXIDADAS			
TIPO DO PÓ	NÍVEL	m (g)	ρ (g/cm³)	m (g)	ρ (g/cm³)	ÓXIDO (%)	
ATOMIZADO	BAIXA	24.53	6.34	25.5 4	6.60	14.6	4.1
	MÉDIA	26.17	6.76	26.9 0	6.95	10.0	2.8
	ALTA	27.81	7.19	28.1 3	7.27	3.8	1.15
REDUZIDO	BAIXA	24.83	6.41	25.6 6	6.63	18.8	3.3
	MÉDIA	26.60	6.87	27.0 0	6.98	10.4	1.5

4.2 - ENSAIO DE DUREZA.

Ao realizar-se uma medida de dureza em um material sinterizado que apresenta poros, qualquer que seja a escala utilizada, deve-se ter em mente que não se está medindo a dureza intrínseca do material que constitui a peça, pois a presença dos poros diminui a área da seção resistente abaixo do penetrador. Por isso, a dureza de um sinterizado é dita “dureza aparente”; ela depende da quantidade, da forma, do tamanho e distribuição de tamanho dos poros.

No presente trabalho, os ensaios de dureza foram realizados na escala Vickers, com uma carga de 30 kgf; foram feitas 5 medidas ao longo do comprimento de dois cotonetes (10 medidas ao todo), para cada grupo de amostras. Os resultados obtidos são mostrados nas tabelas 13 e 14 , bem como nas figuras 33 e 34.

Tabela 13 : Dureza aparente das amostras sinterizadas.

AMOSTRA	ANCORSTEEL 1000C (HV ₃₀)			ANCOR MH-100 (HV ₃₀)		← NÍVEL DENS
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	38.6	55.5	68.2	51.4	64.2	
2	45.6	58.4	73.3	51.5	70.6	
3	45.1	60.9	72.0	56.8	70.7	
4	45.7	61.8	74.2	55.6	71.2	
5	44.0	61.1	73.5	51.3	66.2	
6	45.3	60.1	74.2	50.9	67.9	
7	45.0	56.1	78.7	50.9	67.9	
8	44.3	60.4	76.6	54.1	71.5	
9	44.1	60.0	73.8	53.2	67.6	
10	43.6	60.5	71.4	53.4	66.2	
MÉDIA	44.1	59.5	73.6	52.9	68.5	
DES. PADRÃO	2.1	2.1	2.8	2.1	2.5	

Tabela 14 : Dureza aparente das amostras ferroxidadas.

AMOSTRA	ANCORSTEEL 1000C (HV ₃₀)			ANCOR MH-100 (HV ₃₀)		← NÍVEL DENS
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	125.8	123.2	113.5	144.7	141.5	
2	128.5	122.5	111.9	152.5	137.5	
3	127.7	122.0	111.0	154.5	131.3	
4	128.9	120.7	113.9	141.5	135.0	
5	125.8	114.5	112.2	153.5	128.9	
6	125.8	114.5	112.9	143.8	133.7	
7	129.7	118.9	112.9	147.6	129.7	
8	129.7	119.9	113.9	152.5	132.5	
9	127.3	117.9	113.2	145.7	135.0	
10	123.2	113.5	112.9	147.1	132.1	
MÉDIA	127.2	118.8	112.8	145.3	133.7	
DES. PADRÃO	2.1	3.6	0.9	11.6	3.8	

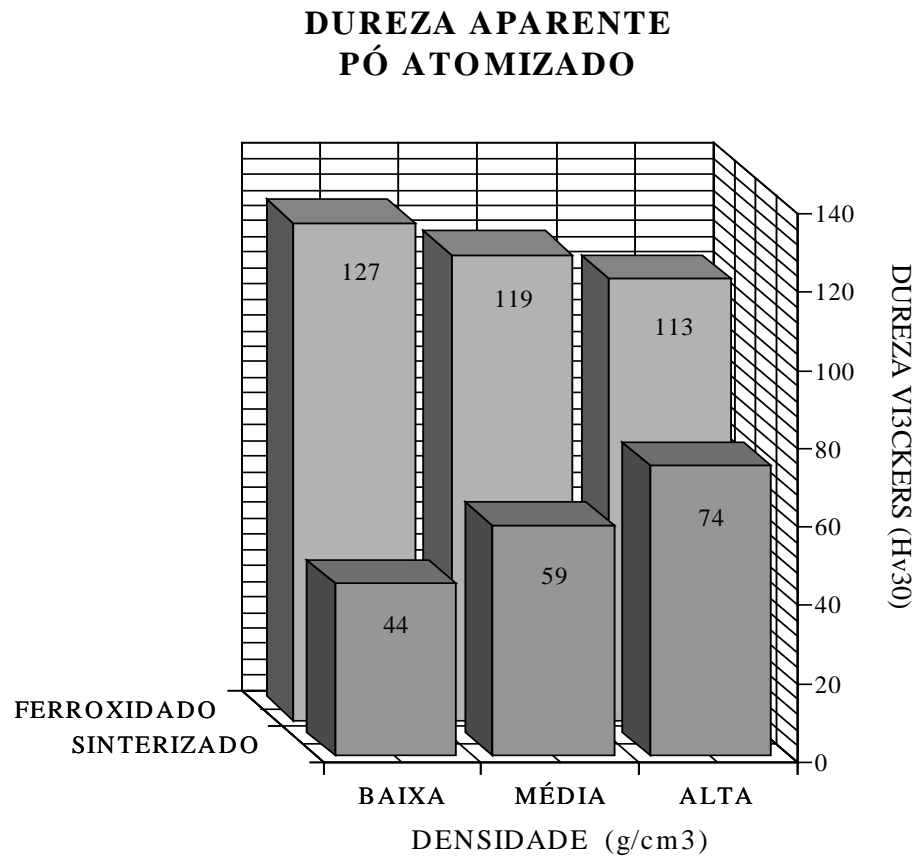


Figura 33 - Dureza aparente das amostras produzidas com o pó atomizado.

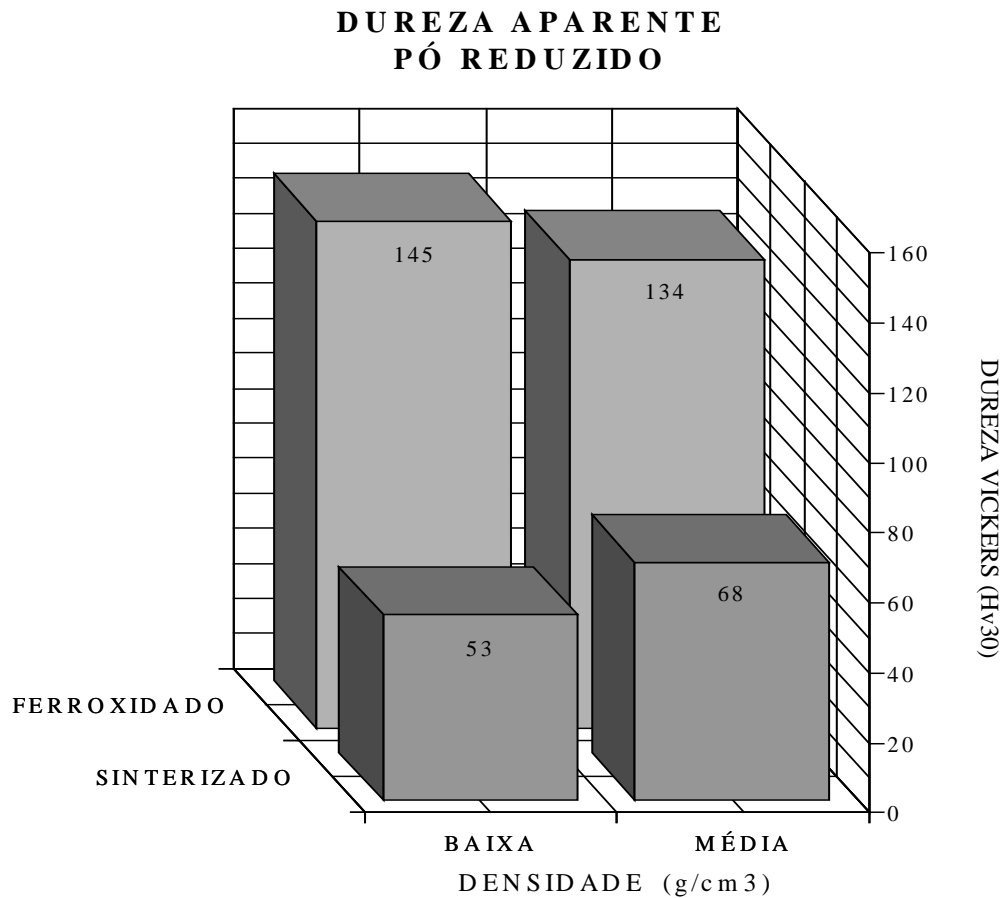


Figura 34 - Dureza aparente das amostras produzidas com o pó reduzido.

As figuras 33 e 34 mostram claramente uma inversão na ascendência dos valores de dureza das amostras em função da densidade. A dureza das amostras no estado apenas sinterizado é crescente com o aumento da densidade, enquanto que após a ferroxidação é decrescente. Tal fato é esperado, pois o aumento da dureza causado pela ferroxidação é função da quantidade de óxido que se introduz nas peças e esta diminui com o aumento da densidade.

Analisando, separadamente, os resultados das amostras sinterizadas, percebe-se que as amostras produzidas com o pó reduzido, apresentam uma dureza maior do que aquelas produzidas com o pó atomizado; o mesmo acontece com as amostras após a ferroxidação. Esta diferença é melhor visualizada na figura 35.

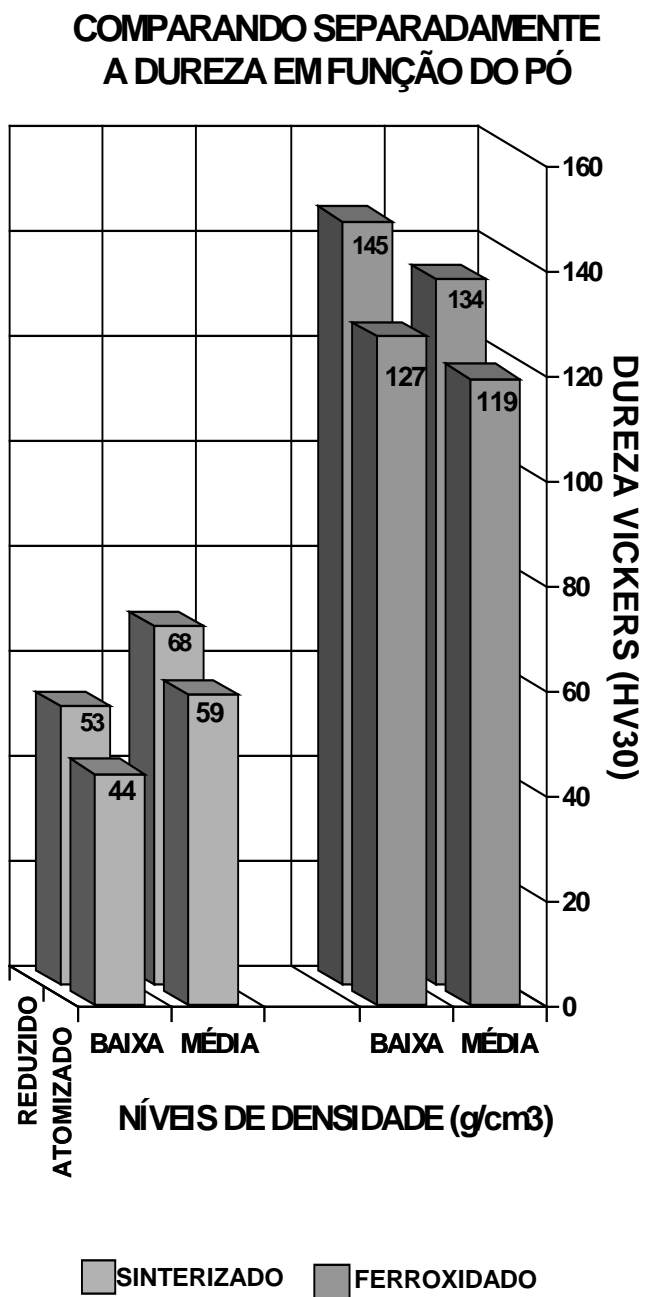


Figura 35 - Comparação da dureza das amostras em função do tipo de pó utilizado e da densidade, nos estados após sinterização e após ferroxidação.

Esta diferença é justificada em função da distinta morfologia dos poros resultantes nas amostras produzidas com os dois pós em questão. Os poros das amostras produzidas com o pó reduzido são menores e mais bem distribuídos que os poros das amostras obtidas com o pó atomizado. As diferenças na morfologia dos poros, se reflete na dureza aparente. O penetrador (pirâmide Vickers) percorrer um caminho menor nos vazios dos poros pequenos (amostras do pó reduzido), isto é, ele encontra menos espaços vazios.

Calculando-se a diferença percentual entre a dureza das amostras do pó reduzido e do pó atomizado, tanto no estado sinterizado, como após ferroxidação (figura 36), encontra-se valores em torno de 20%, para as amostras de baixa densidade, e em torno de 15%, para as amostras de média densidade, evidenciando um fator sistemático na diferença das durezas. A queda da diferença percentual mostra a tendência à diminuição desta diferença de dureza entre os dois pós, com o aumento da densidade. O que é bastante coerente, uma vez que a quantidade de poros diminuí significativamente com o aumento da densidade, isto é, com o aumento da densidade, os valores da dureza aparente tende a se aproximar do valor da dureza intrínseca do material (0% de poros).

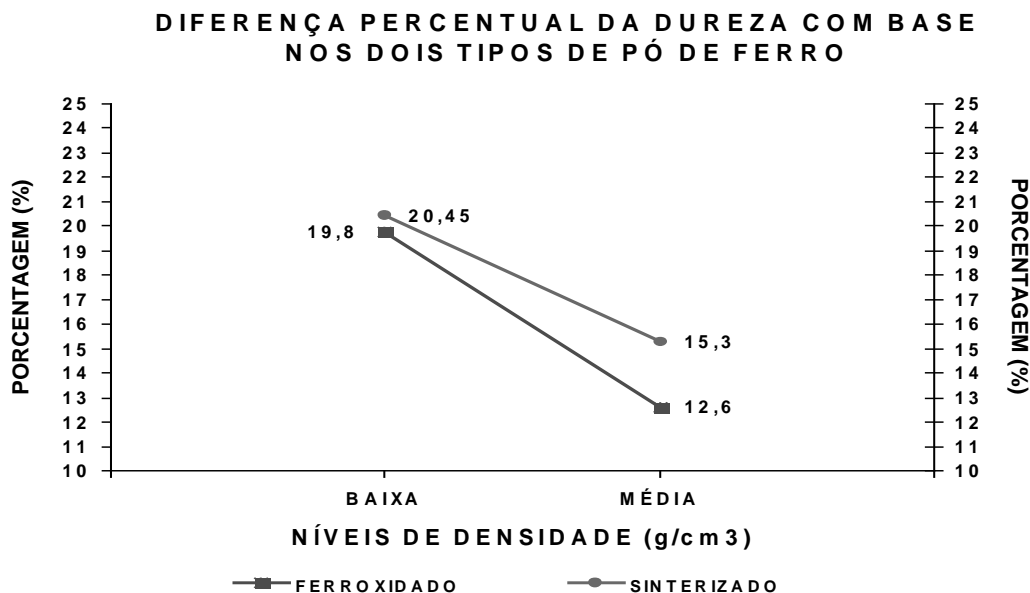


Figura 36 - Diferença percentual das durezas comparado-se os dois pós.

Na figura 37 apresenta-se o aumento relativo da dureza aparente causado pela ferroxidação. As curvas mostram que, apesar das amostras produzidas com o pó reduzido terem apresentado uma dureza maior, as do pó atomizado foram as que mais endureceram devido ao processo. Isto é compreensível uma vez que as mesmas sofrem um maior ganho em peso, como já visto.

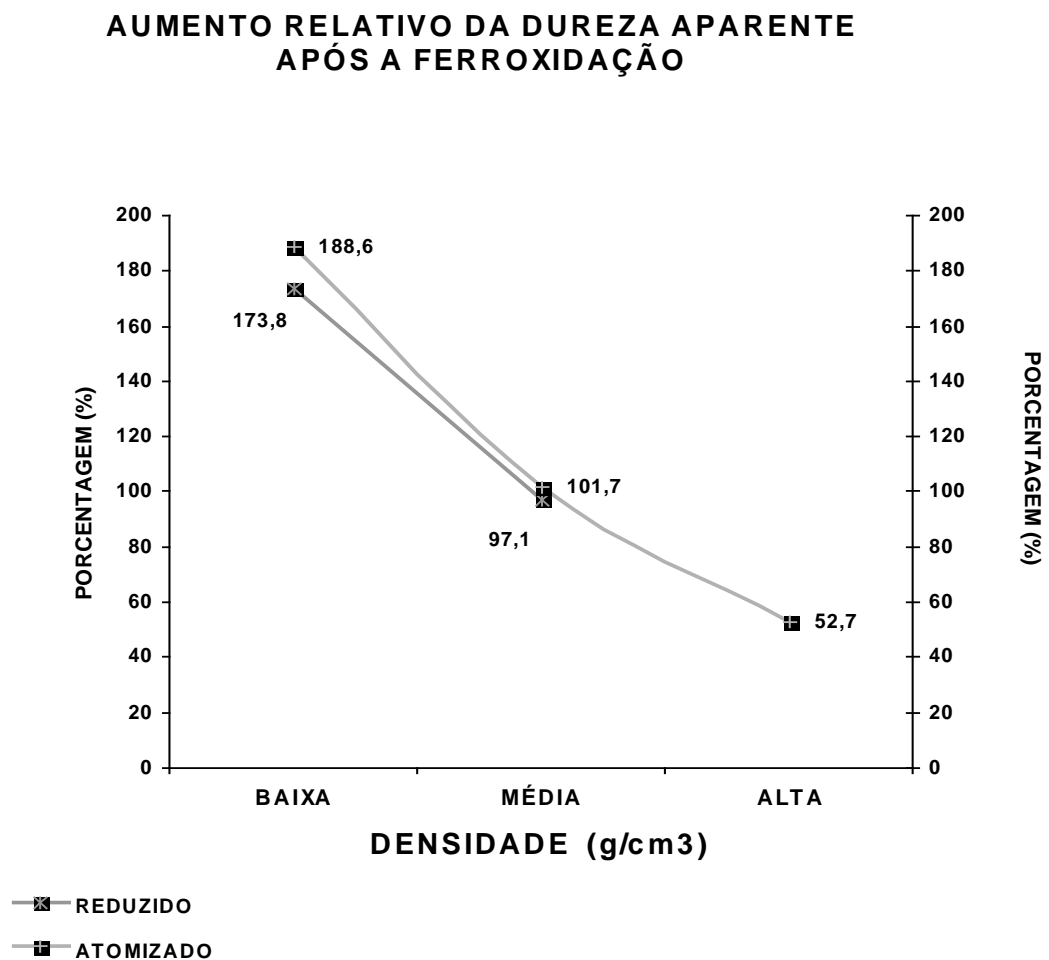


Figura 37 - Aumento relativo da dureza após a ferroxidação.

Na figura 38 são apresentadas curvas de tendências para as durezas das amostras sinterizadas e ferroxidadas, em função da densidade inicial.

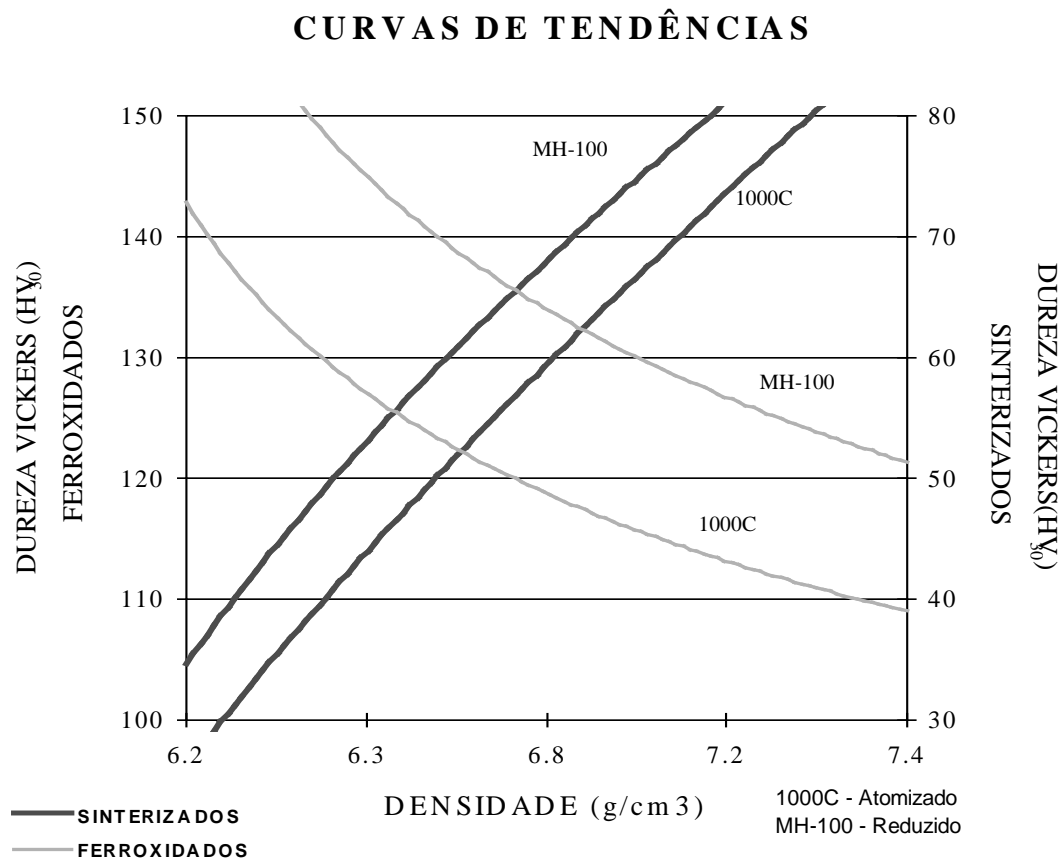


Figura 38 - Curvas de tendências para a dureza em função da densidade.

Com o gráfico da figura 38 é possível estimar o valor da dureza aparente de uma peça tendo como dado de entrada, a sua densidade no estado sinterizado.

Na escala de dureza da direita se lê o valor da dureza, referente a cada pó, para as peças no estado sinterizado. Na escala da esquerda a dureza aparente para as peças no estado ferroxidado.

4.3 - ENSAIO DE TRAÇÃO.

A seguir apresenta-se os resultados obtidos nos ensaio de tração, destacando as propriedades determinadas com o mesmo.

4.3.1 - Limite de resistência à tração.

O limite de resistência à tração é uma característica do material, sendo definido como a tensão máxima (durante o ensaio) até a qual a deformação do corpo de prova é estável, isto é, uniaxial.

Nas amostras ensaiadas no presente trabalho, tanto no estado sinterizado, como no ferroxidado, o limite de resistência coincide com o limite de ruptura, uma vez que as mesmas não apresentam estricção perceptível. Portanto, o limite de resistência, principalmente para as peças ferroxidadas, torna-se importante como critério de projeto, como ocorre com os materiais frágeis.

Os resultados obtidos são apresentados nas tabelas 15 e 16, bem como nas figuras 39 e 40.

Tabela 15 : Limite de resistência à tração das amostras sinterizadas.

AMOSTRA	ANCORSTEEL 1000C (MPa)			ANCOR MH-100 (MPa)		← NÍVEL DENS.
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	118	176	208	163	236	
2	117	177	197	145	211	
3	116	173	204	154	210	
4	100	177	195	150	240	
5	116	178	211	152	211	
MÉDIA	113.4	176.2	203.0	152.8	221.6	
DES. PADRÃO	7.5	1.9	6.9	6.6	15.0	

Tabela 16 : Limite de resistência à tração das amostras ferroxidadas.

AMOSTRA	ANCORSTEEL 1000C (MPa)			ANCOR MH-100 (MPa)		←NÍVEL DENS.
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	137	204	268	195	235	
2	136	214	257	209	256	
3	134	216	265	197	254	
4	138	214	258	191	237	
5	130	209	250	197	250	
MÉDIA	135.0	211.4	259.6	197.7	246.4	
DES. PADRÃO	3.2	4.9	7.1	6.5	9.8	

LÍMITE DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO
PÓ ATOMIZADO

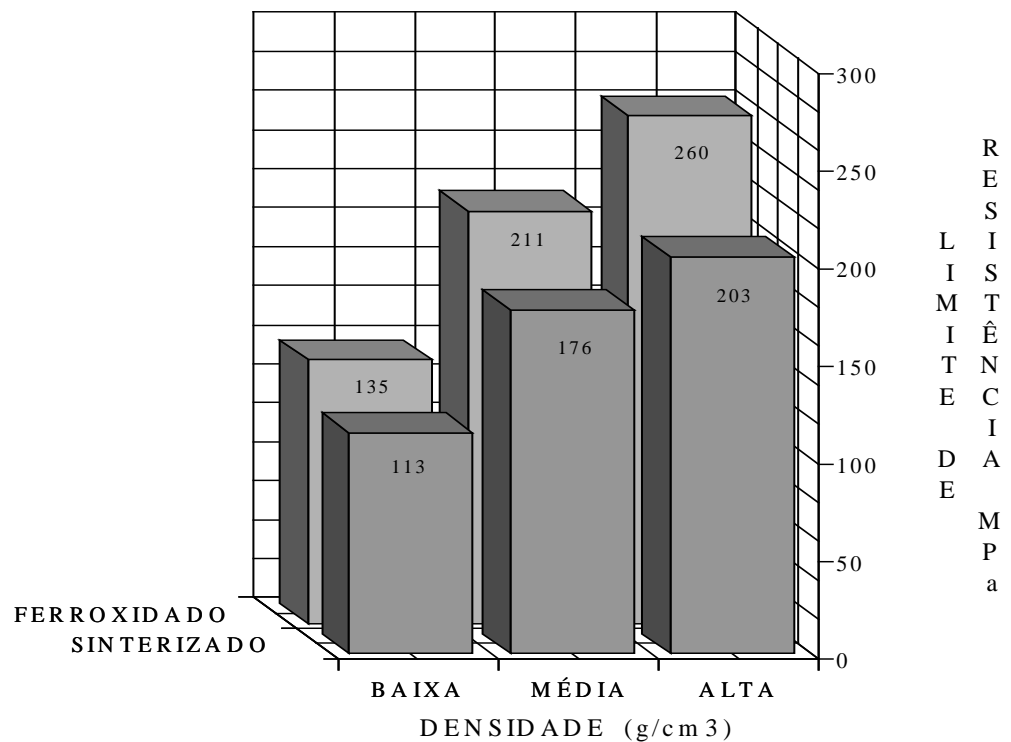


Figura 39 - Limite de Resistência das amostras produzidas com o pó atomizado.

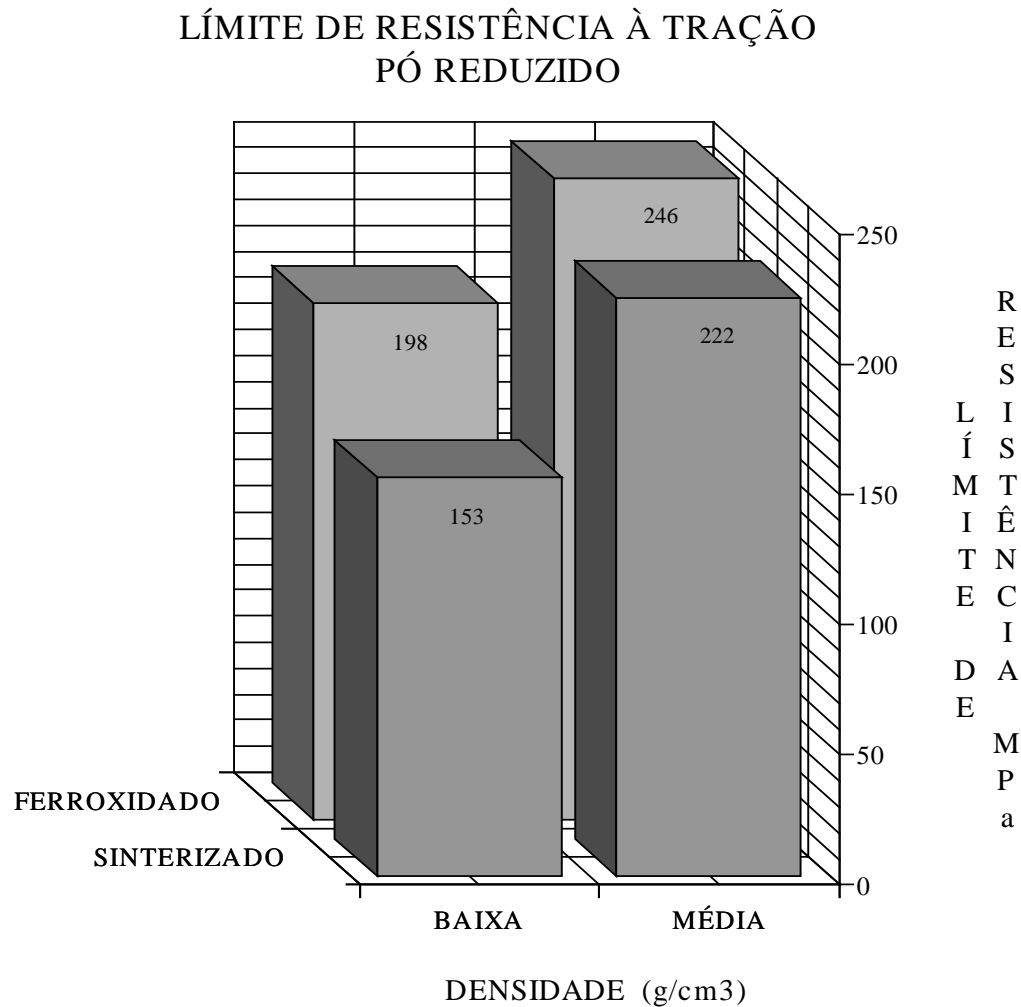


Figura 40 - Limite de Resistência das amostras produzidas com o pó reduzido.

As figuras 39 e 40 mostram que o processo de ferroxidação produziu um aumento no limite de resistência em todas as condições estudadas. Este aumento pode ser justificado pelo fato da fase óxida se distribuir por todo o corpo de prova, formando um “esqueleto” de material de maior resistência. Esta rede óxida tende a retardar a deformação plástica da matriz de Ferro- α , a qual só inicia o seu escoamento após o trincamento da magnetita, o que leva a um aumento do limite elástico do material.

Percebe-se, também, que as amostras produzidas com o pó de ferro reduzido apresentam valores para o limite de resistência superiores aos alcançados nas amostras produzidas com o pó de ferro atomizado, em um mesmo nível de

densidade. Isto se deve a distinta morfologia dos poros presentes no material. As amostras produzidas com pó reduzido possuem uma maior quantidade de poros, mas de menor tamanho, enquanto que com o pó atomizado o número de poros diminuiu, mas seu tamanho é maior; em consequência, a sua resistência é menor.

Como pode ser visto na figura 41, os materiais produzidos com o pó obtido por redução, apresentam valores absolutos maiores para o limite de resistência à tração do que os produzidos com pó atomizado.

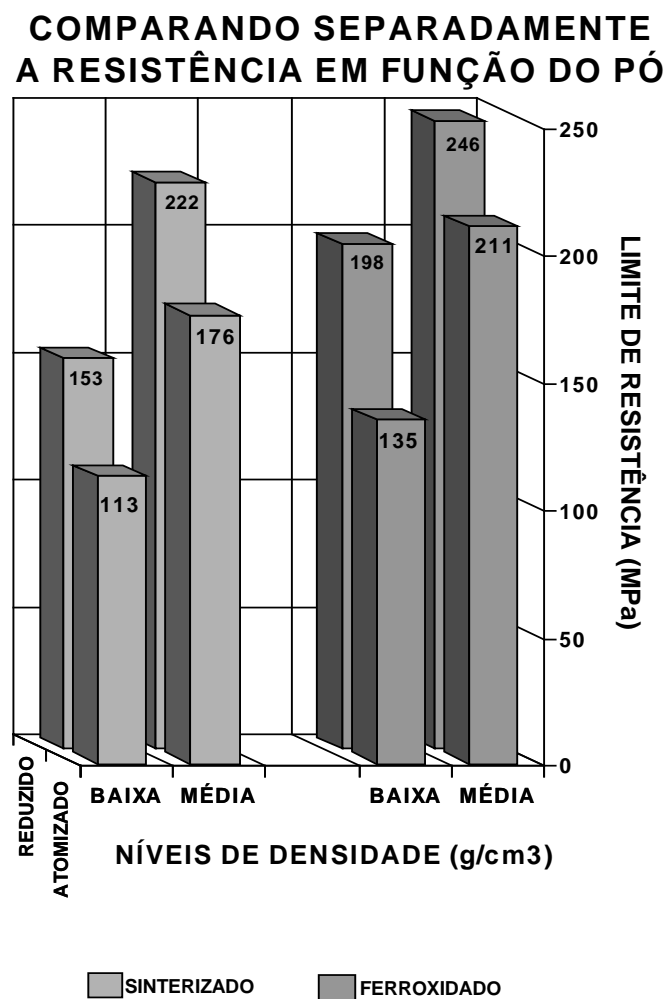


Figura 41 - Comparação da limite de resistência a tração das amostras, em função do tipo de pó e da densidade, no estado sinterizado e ferroxidado.

O aumento relativo da resistência à tração, proporcionado pelo processo de ferroxidação, é mostrado na figura 42.

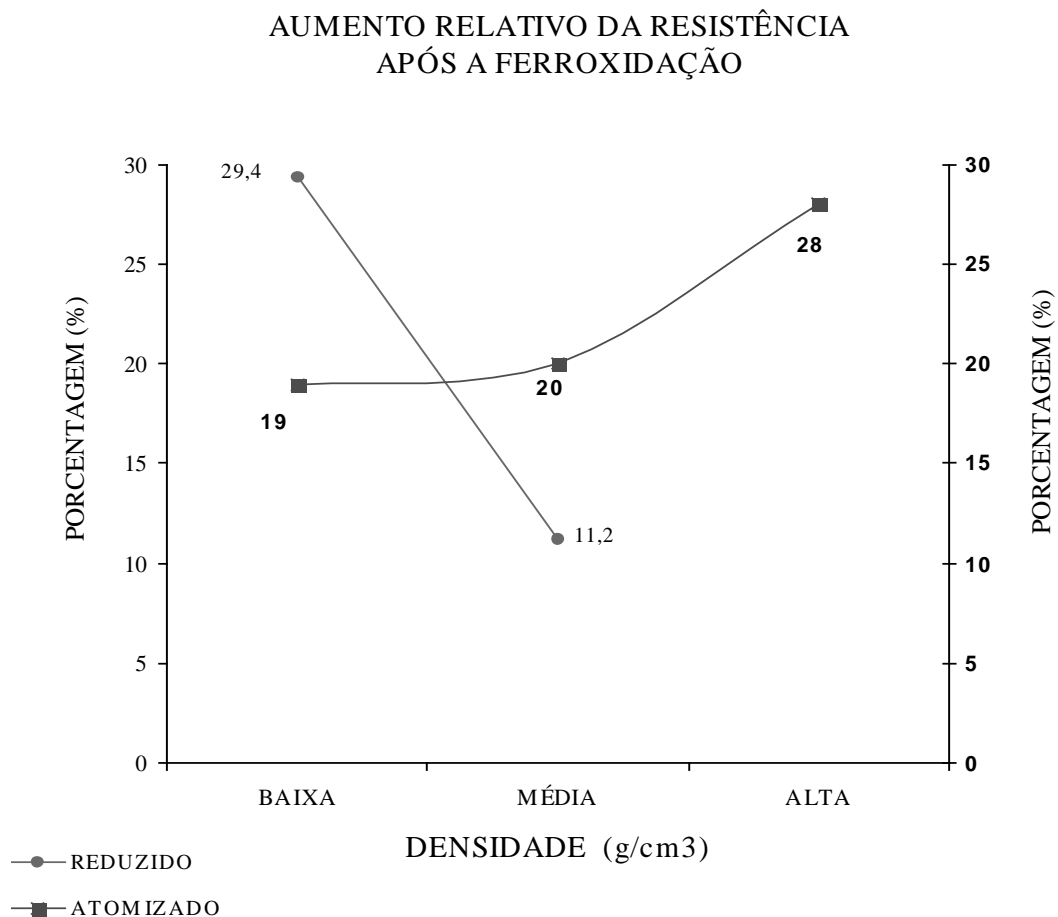


Figura 42 - Aumento relativo do limite de resistência à tração.

As curvas da figura 42, mostram comportamentos completamente distintos para os dois tipos de pós de ferro utilizados. Com o pó atomizado ocorre um maior ganho de resistência nas amostras de alta densidade (ganho de 28%), diminuindo e, praticamente estabilizando para as de média (ganho de 20%), e baixa (19%) densidade.

As amostras produzidas com o pó reduzido apresentam um comportamento contrário às anteriores. Nestas, o maior ganho de resistência se

verifica nas amostras de baixa densidade (ganho de 29.4%), diminuindo, acentuadamente nas de média densidade (ganho de 11.2%).

Na figura 43 o aumento relativo da resistência à tração é traçado em função do ganho em peso.

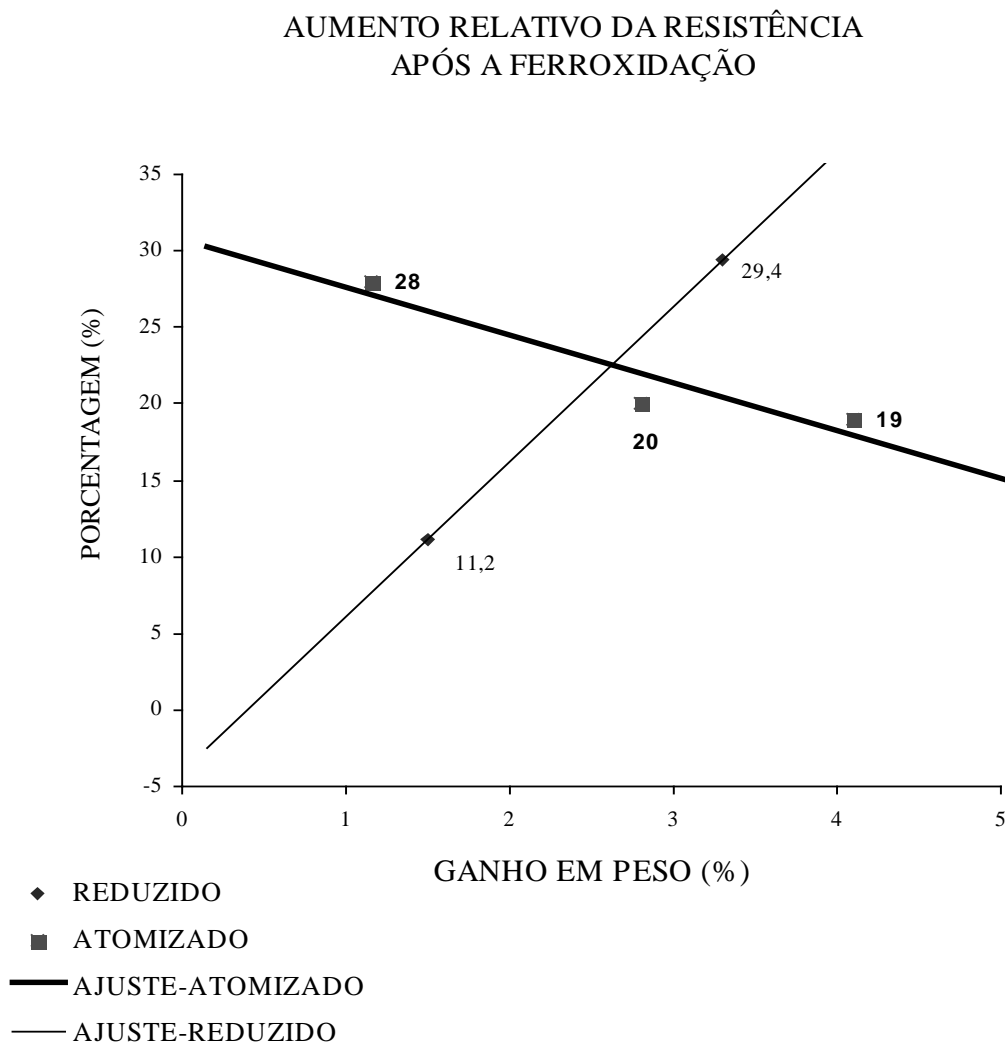


Figura 43 - Aumento relativo da resistência em função do ganho em peso.

Na figura 43, foram traçadas duas linhas de ajuste dos resultados experimentais, mostrando a tendência do aumento relativo da resistência em toda a faixa de ganho em peso (0 a 5%). Com base nesta figura, torna-se mais fácil analisar os resultados em função da quantidade de óxido introduzido nas amostras em decorrência do processo de ferroxidação.

Os resultados confirmam o comportamento inverso apresentado em relação ao ganho de peso pelas amostras produzidas com os dois pós de ferro.

A linha de ajuste obtida para o material produzido com o pó reduzido mostra que para este pó, o aumento relativo da resistência tende a aumentar juntamente com o ganho em peso, ou seja, com a quantidade de óxido formado na ferroxidação. Para os materiais produzidos com o pó atomizado o aumento relativo da resistência tende a diminuir com o aumento do ganho em peso.

4.3.2 - Alongamento.

O alongamento é uma medida da capacidade de deformação do material. O alongamento das amostras ensaiadas foi medido nos próprios corpos de prova; os resultados são apresentados nas tabelas 17 e 18 , e nas figuras 44 e 45.

Tabela 17 : Alongamento das amostras sinterizadas.

AMOSTRA	ANCORSTEEL 1000C (%)			ANCOR MH-100 (%)		←NÍVEL DENS.
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
1	6.6	8.1	7.6	5.3	4.7	
2	4.4	9.3	8.8	4.0	6.0	
3	6.7	8.8	8.6	5.3	6.7	
4	5.2	9.1	11.6	5.6	7.4	
MÉDIA	5.7	8.8	9.1	5.0	6.2	
DES. PADRÃO	1.1	0.5	1.7	0.7	1.1	

Tabela 18 : Alongamento das amostras ferroxidadas.

	ANCORSTEEL 1000C (%)			ANCOR MH-100 (%)		
AMOSTRA	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	←NÍVEL DENS.
1	0.5	2.0	4.1	0.5	0.9	
2	0.6	1.7	3.4	0.4	1.2	
3	0.4	2.0	4.3	0.6	1.2	
4	0.6	2.1	4.1	0.5	1.6	
MÉDIA	< 1	2.0	4.0	< 1	1.2	
DES. PADRÃO	--	0.2	0.4	--	0.3	

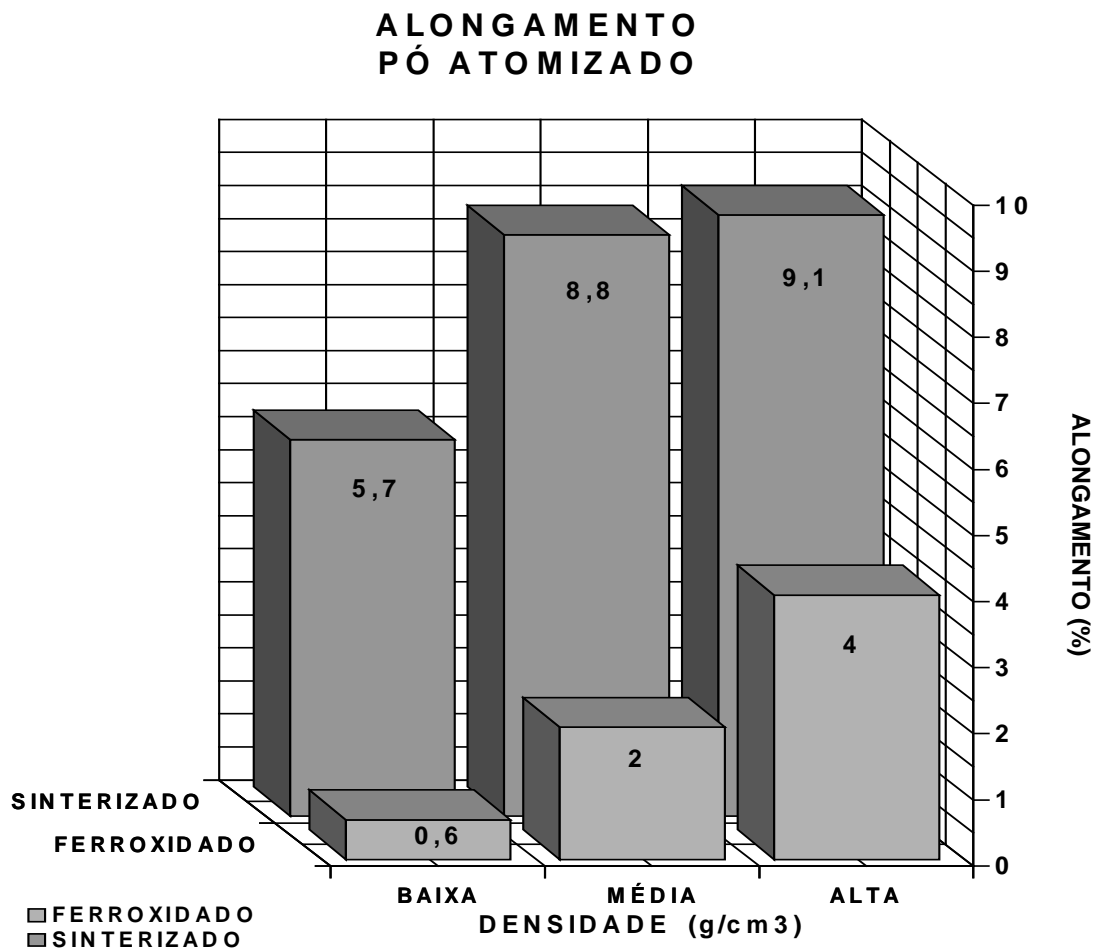


Figura 44 - Alongamento das amostras produzidas com o pó atomizado.

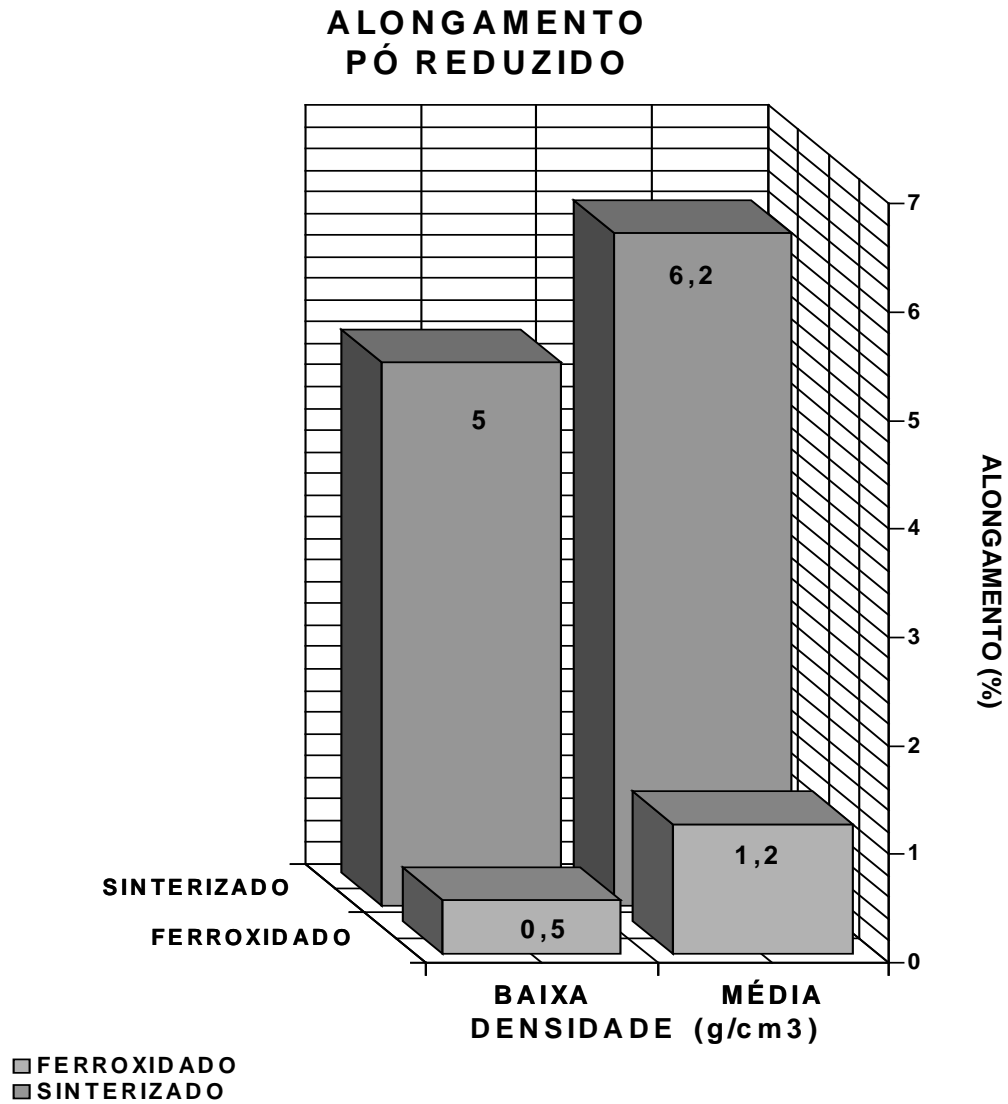


Figura 45 - Alongamento das amostras produzidas com o pó reduzido.

As figuras 44 e 45 mostram como o processo de ferroxidação diminuiu significativamente os valores do alongamento, evidenciando a forte influência da ferroxidação nesta propriedade mecânica do ferro puro sinterizado.

O gráfico da figura 46 mostra a redução percentual do alongamento para as amostras produzidas com os dois tipos de pós de ferro. Pode-se notar que as amostras

produzidas com o pó reduzido apresentam uma redução maior no alongamento após a ferroxidação. A figura 47 mostra os resultados em função do ganho em peso.

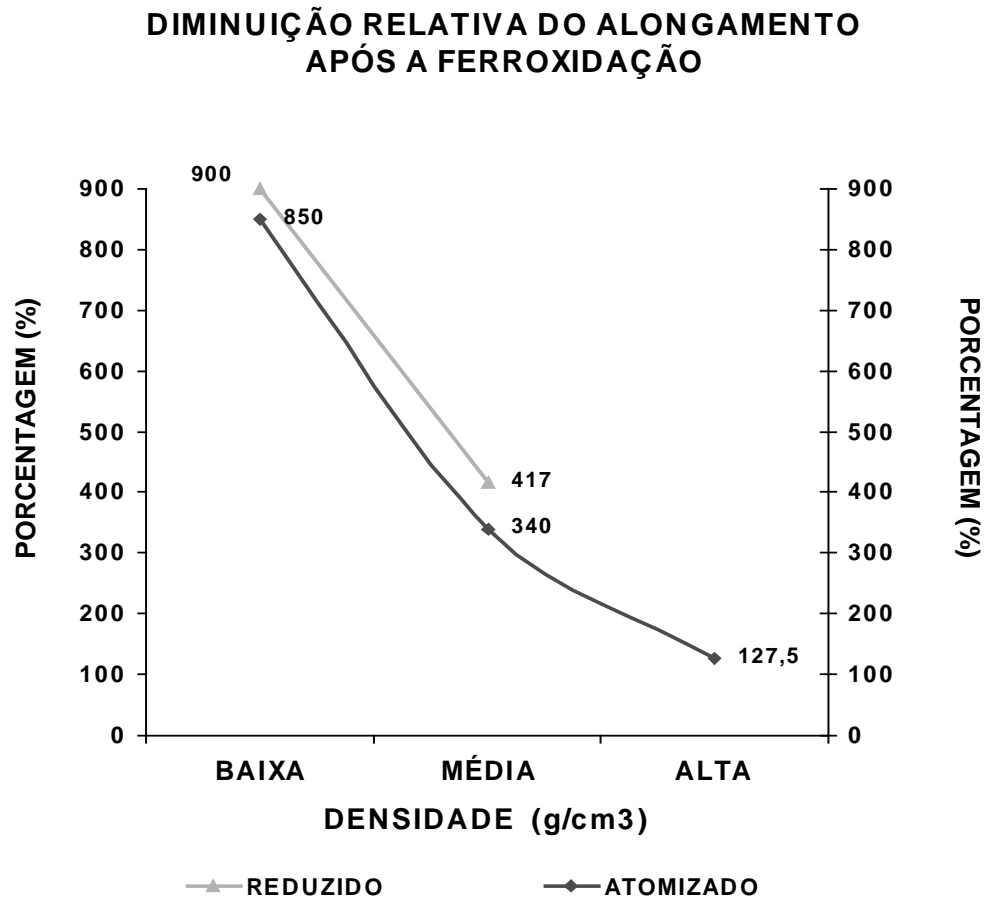


Figura 46 - Perda relativa de alongamento das amostras após a ferroxidação.

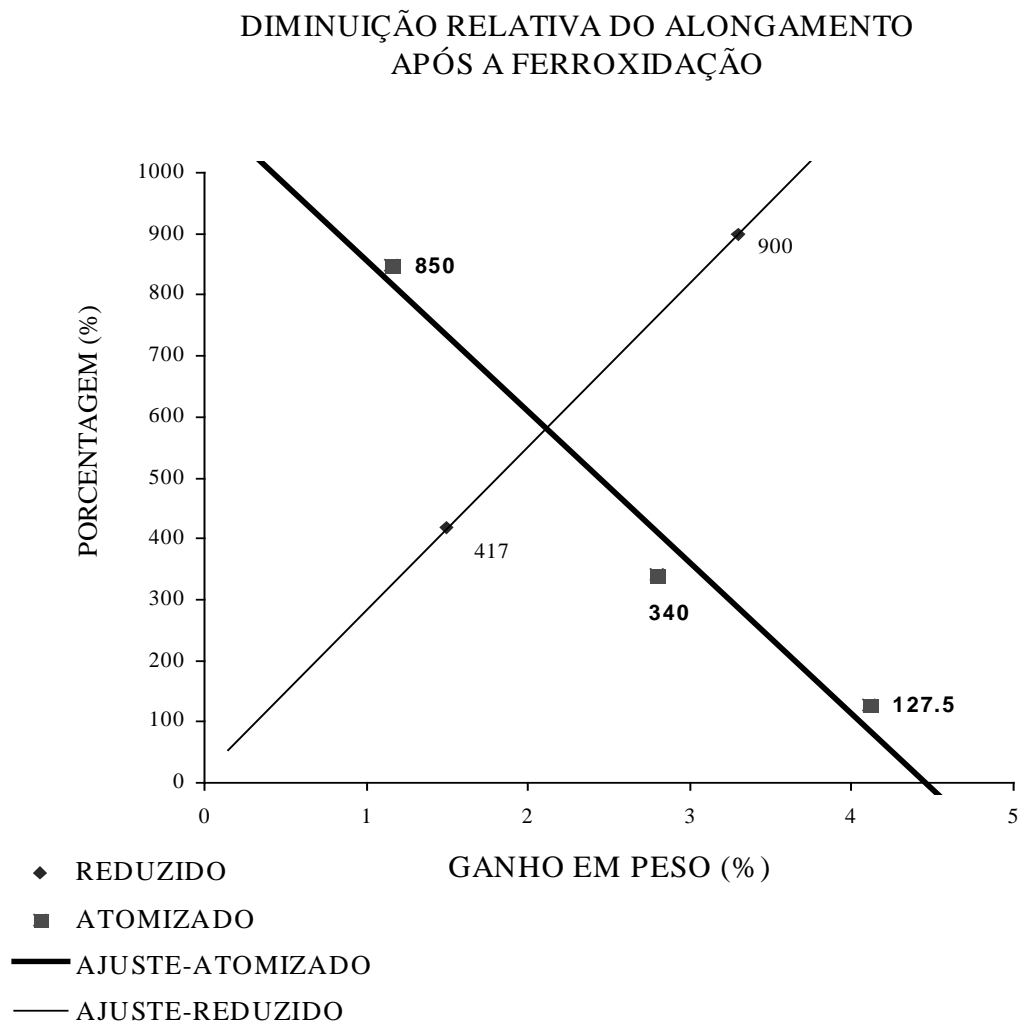


Figura 47 - Perda relativa do alongamento em função do ganho em peso.

4.3.4 - Análise de fratura.

As amostras fraturadas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura, com o objetivo de identificar os mecanismos atuantes no processo de propagação das trincas.

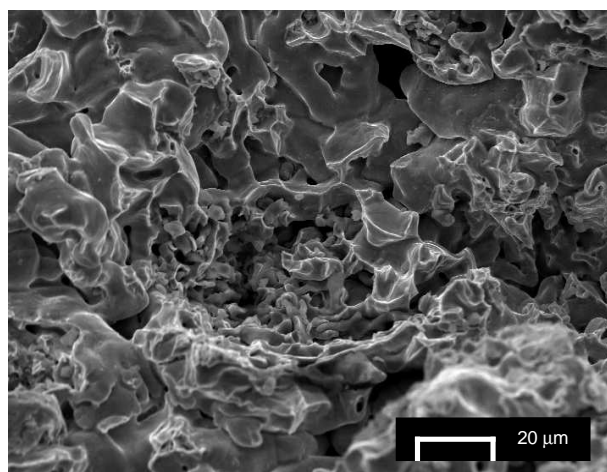
Primeiramente serão apresentados os resultados referentes às diferentes condições das amostras no estado sinterizado e, na seqüência, os das amostras no estado ferroxidado.

a) Amostras no estado sinterizado.

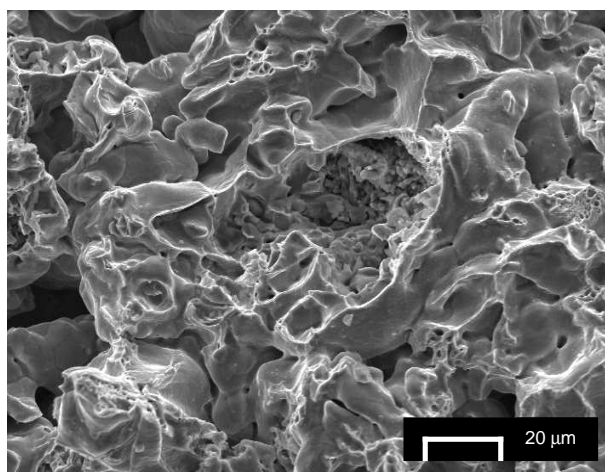
Em materiais sinterizados, devido a presença dos poros remanescentes, a seção resistente do corpo de prova é “aparente”, isto é, não é real. A seção real é função da porosidade presente na peça, sendo representada aproximadamente pelo somatório das seções dos "necks" (pescoço) formados entre as partículas. Portanto, é óbvio esperar-se uma maior resistência quanto mais denso for o componente.

Como visto, as amostras produzidas com o pó reduzido apresentam maiores valores para o limite de resistência; isto se atribui ao menor tamanho dos poros presentes. Convém lembrar que, poros menores são, em geral, mais arredondados devido às distâncias menores para o transporte de matéria durante a sinterização. O tamanho dos poros, bem como o seu fator de forma, influenciam acentuadamente o comportamento mecânico do material sinterizado.

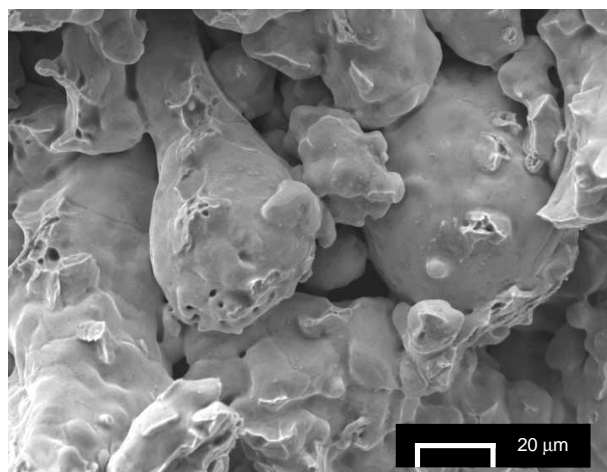
As fotografias apresentadas na figura 48, evidenciam estes aspectos; nas fotografias referentes ao material produzido com o pó atomizado (fotos c-d-e), observa-se o aumento das regiões deformadas, com a diminuição da porosidade. Comparando-se o comportamento dos materiais obtidos numa mesma densidade com os dois tipos de pós distintos (*foto -a com foto -c e foto -b com foto -d*), observa-se o menor tamanho dos poros das amostras produzidas com o pó reduzido, e a maior ocorrência de regiões deformadas nas mesmas.



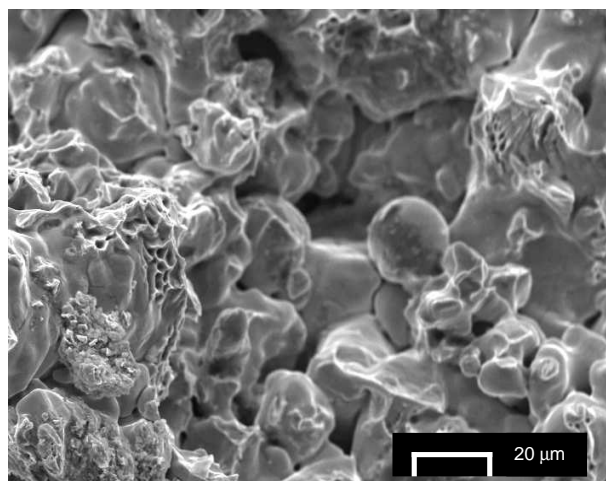
(a)



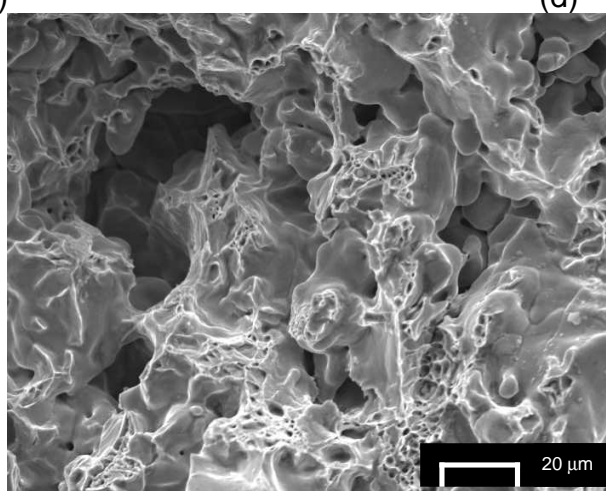
(b)



(c)



(d)

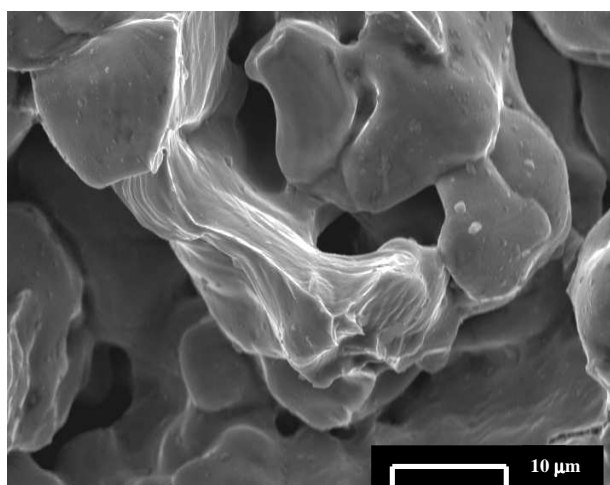


(e)

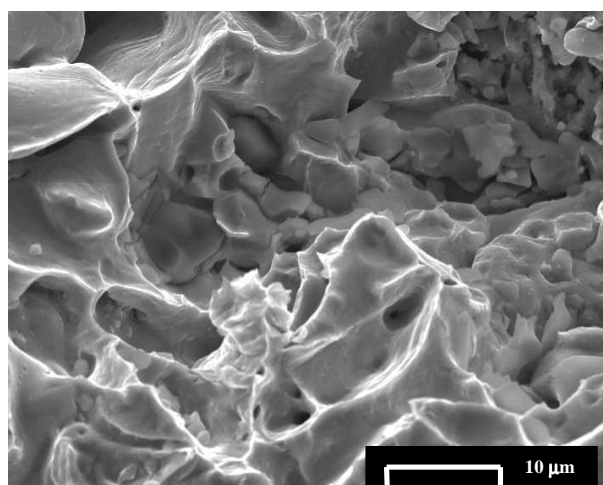
Figura 48 - Aspectos das fraturas das amostras sinterizadas(MEV).

Pó reduzido (densidade): a) baixa; b) média

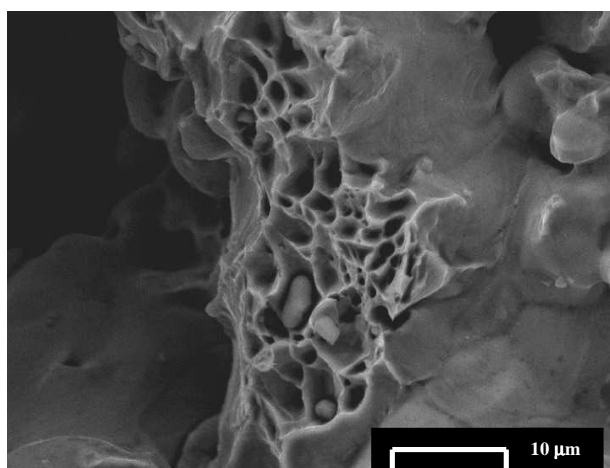
Pó atomizado (densidade): c) baixa; d) média; e) alta



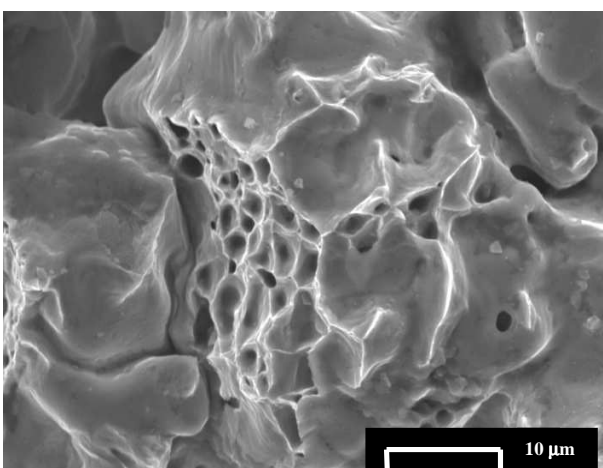
(a)



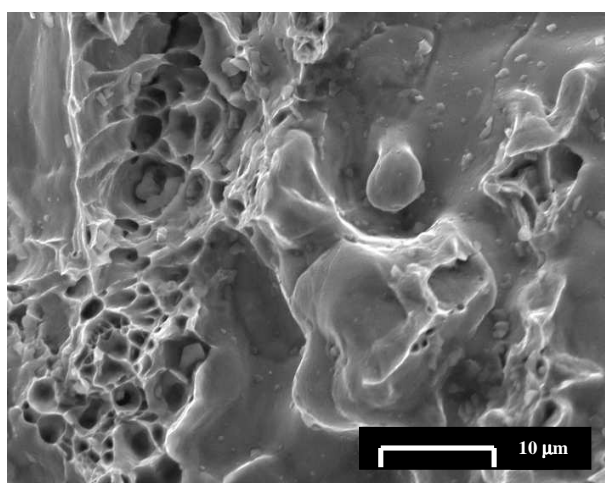
(b)



(c)



(d)



(e)

Figura 49 - Aspectos das fraturas das amostras sinterizadas (MEV).
Pó reduzido (densidade): a) baixa; b) média
Pó atomizado (densidade): c) baixa; d) média; e) alta

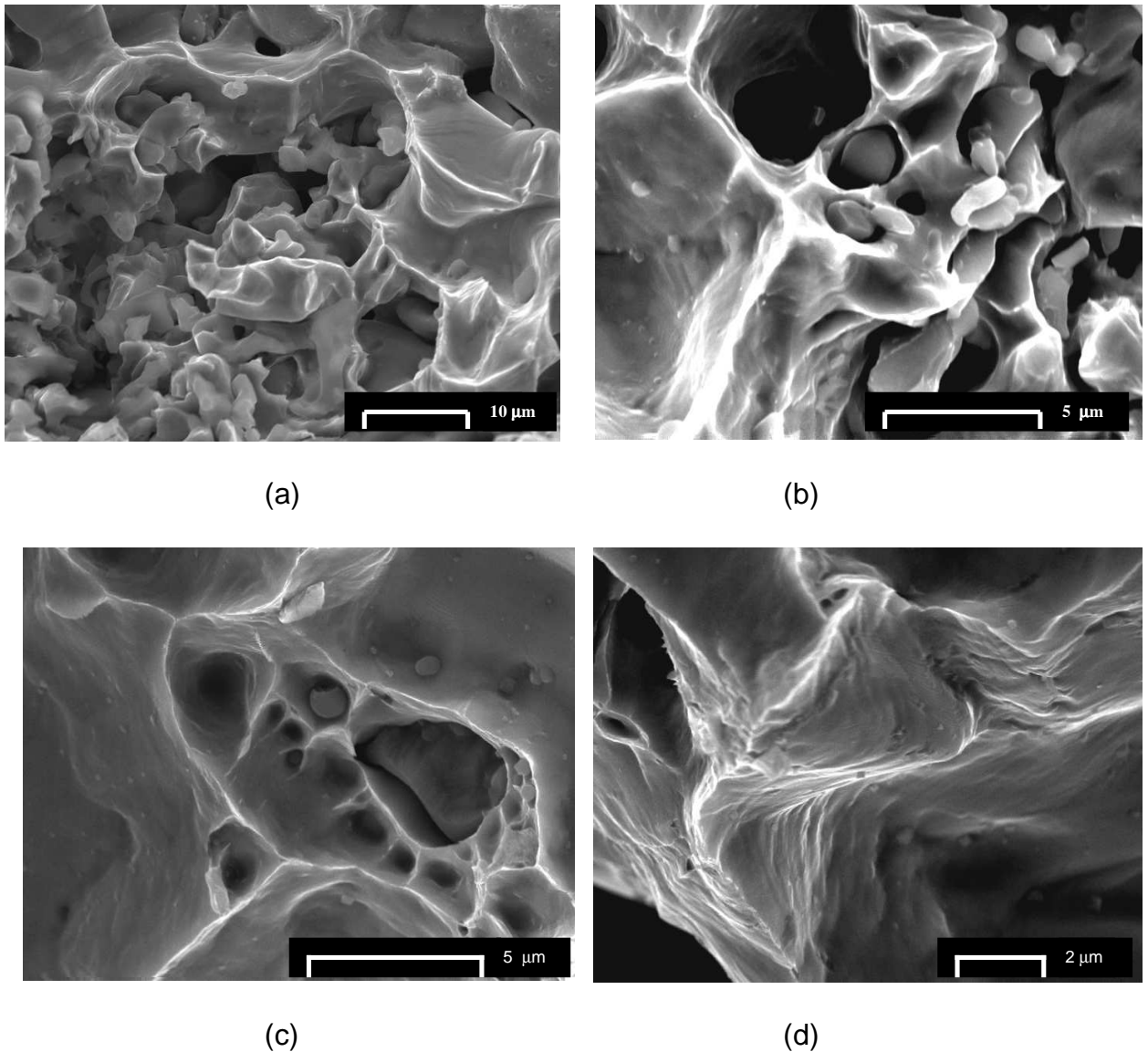


Figura 50 - Detalhes das superfícies fraturadas nas amostras sinterizadas (MEV).

Pó reduzido: a) e b)

Pó atomizado: c) e d) .

Apesar do aspecto macroscópico da fratura e da curva Carga x Deformação não apresentarem características de comportamento dúctil, os mecanismos atuantes em cada "neck" (pescoço) da seção rompida são típicos de fratura dúctil.

A presença de "dimples" normais nas fraturas das amostras produzidas com os diferentes pós de ferro, é evidenciada nas fotos da figura 49 e, em maior detalhe, na figura 50.

Nestas figuras observa-se, também, a presença de partículas de impurezas contendo principalmente Mn, V, Ti e Si; estas também são responsáveis pela a nucleação e o coalescimento dos "dimples".

b) Amostras no estado ferroxidado.

Nas amostras ferroxidadas foi criado um esqueleto de óxido (magnetita) dentro da rede de poros comunicantes, ao longo de toda a seção das amostras.

Quando as amostras são submetidas ao esforço de tração, este esqueleto de óxido altera os valores das propriedades mecânicas, como mostram os resultados. Além de a fase óxida aumentar a seção real resistente das amostras, por aumentar a densidade destas, ela possui características mecânicas distintas da matriz de Ferro- α . O ferrox (magnetita) é um composto cerâmico de comportamento frágil. Portanto, como já discutido, a matriz Ferro- α só inicia sua deformação após ocorrer a fratura do esqueleto óxido.

Na figura 51 observa-se os aspectos da camada de ferrox (próximo a superfície lateral dos corpos de prova), na seção fraturada das amostras produzidas com os dois tipos de pós de ferro utilizados. A figura 52 evidencia detalhes, com maior ampliação, da região central da seção fraturada.

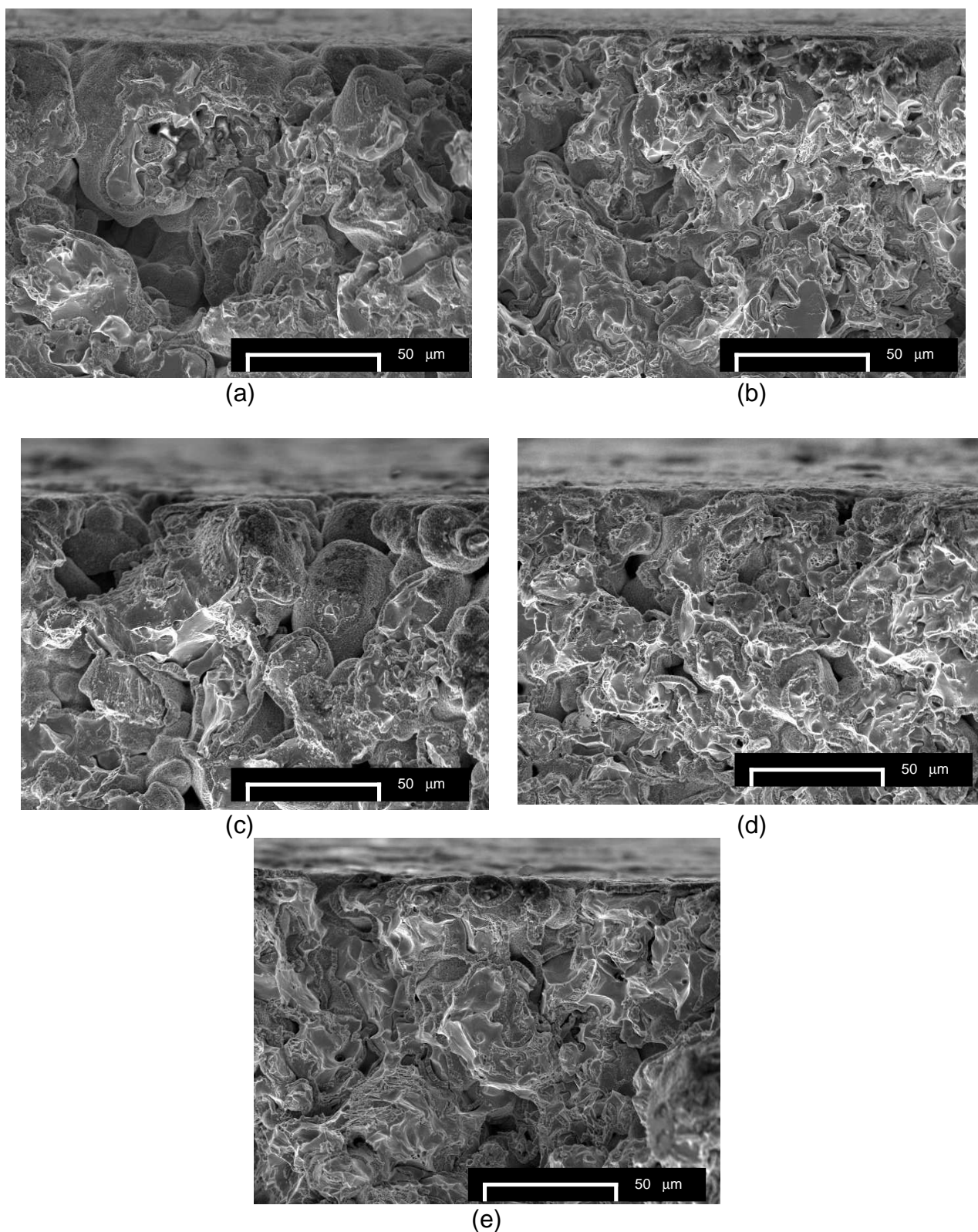
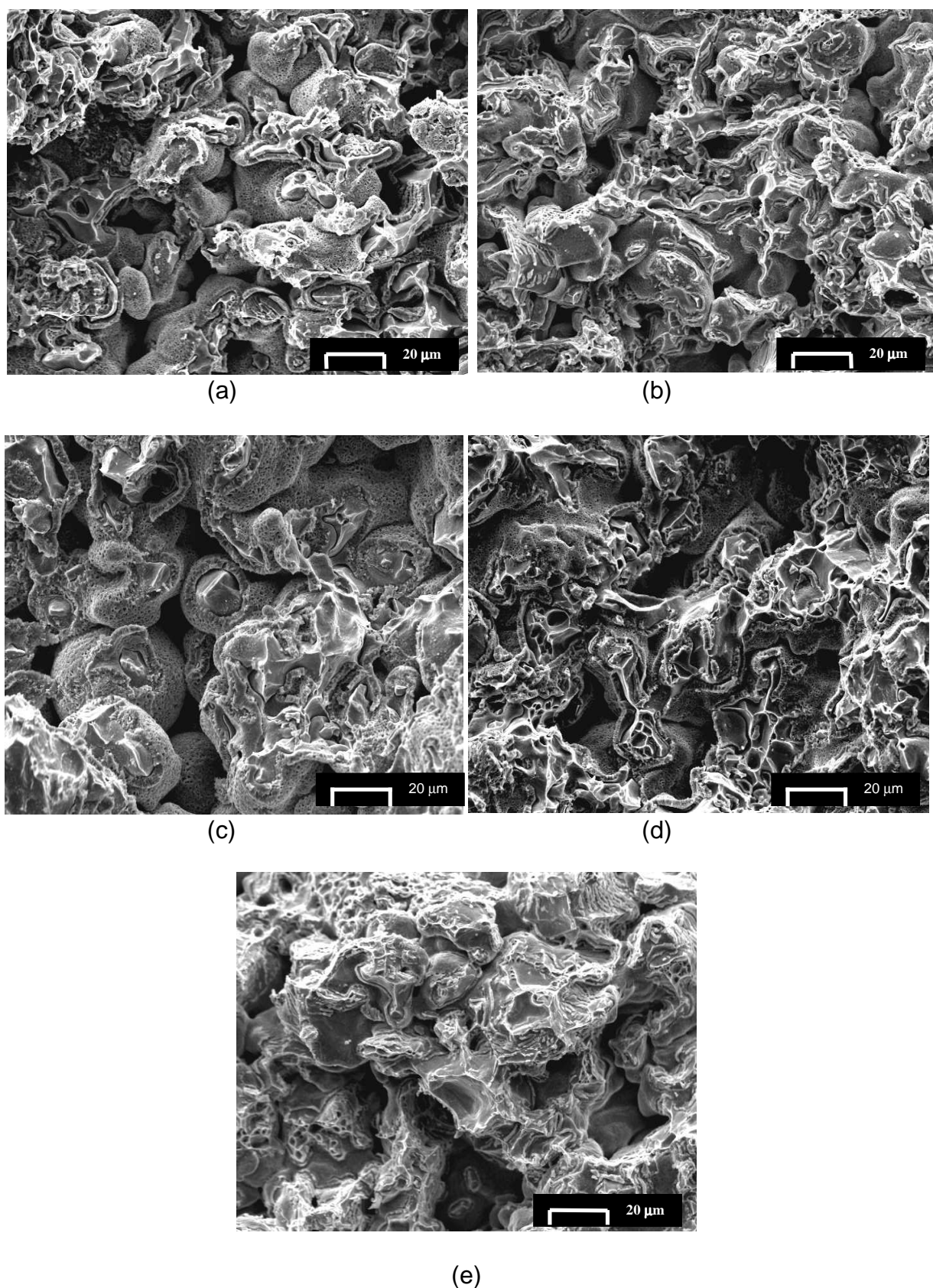
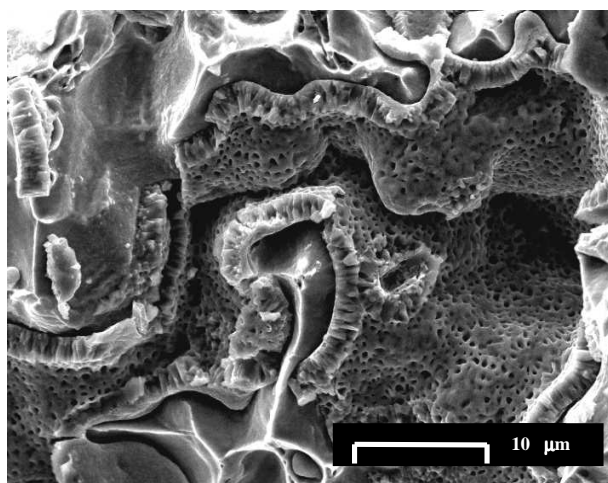


Figura 51 - Aspectos das fraturas das amostras ferroxidadas (MEV).
Pó reduzido (densidade): a) baixa; b) média
Pó atomizado (densidade): c) baixa; d) média; e) alta

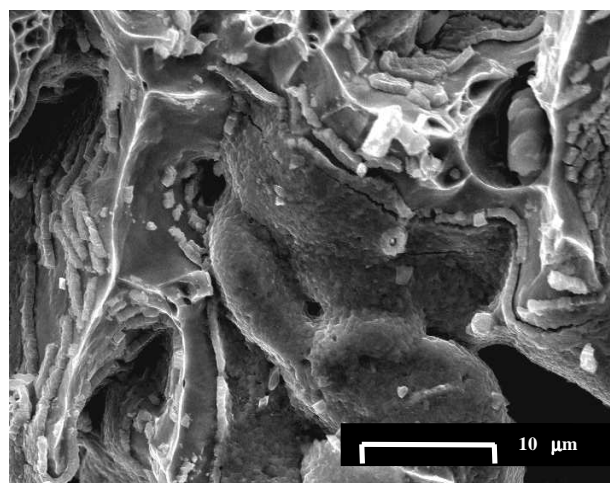


(e)
Figura 52 - Aspectos das fraturas das amostras ferroxidadas (MEV).
Pó reduzido (densidade): a) baixa; b) média
Pó atomizado (densidade): c) baixa; d) média; e) alta

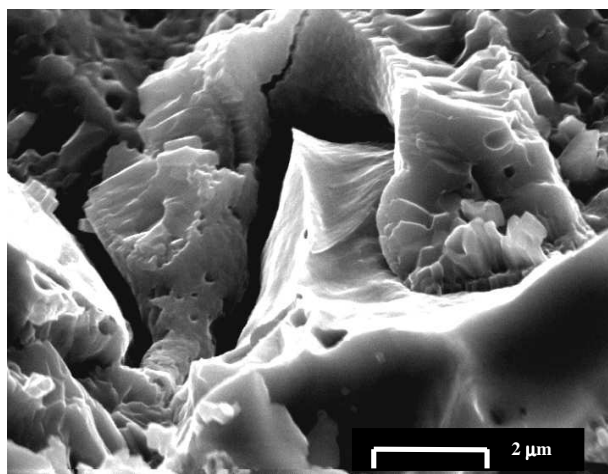
Após a fratura da camada de ferro α , que constitui o esqueleto óxido, a matriz de Ferro- α inicia sua deformação, pelos mesmos mecanismos observados nas amostras apenas sinterizadas. Através das imagens da figura 53 pode-se ver que a camada de ferro α encontra-se afastada da região deformada, evidenciando a estricção dos "necks" (pescoços) após a fratura da camada óxida.



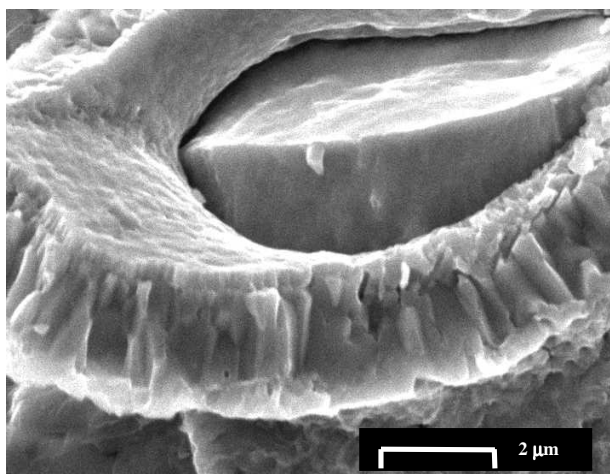
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 53 - Detalhes das fraturas das amostras ferroxidadas (MEV).

Concluída a análise das fraturas, torna-se relevante mencionar que a ferroxidação é, na maioria das vezes, aplicada em componentes sinterizados com o objetivo de melhorar a sua resistência ao desgaste.

Como a camada de ferrox é frágil e a sua dureza diverge muito da dureza do substrato ferroso, sua adesividade é prejudicada. Em algumas aplicações ocorre o deslocamento de regiões da camada de ferrox durante o serviço. Quando isto ocorre as plaquetas óxidas desprendidas passam a atuar como elemento abrasivo entre os pares em contato, levando a um desgaste acentuado.

Comprovou-se, através de uma série de análises em componentes ferroxidados, que a adesividade da camada de ferrox é significativamente afetada pelo percentual, tamanho e distribuição dos poros do substrato. Há uma maior tendência a ocorrência de deslocamentos em peças com baixa porosidade.

Como a camada de ferrox se forma tanto na superfície como ao longo de toda a seção das peças, através da porosidade comunicante, ocorre um “ancoramento” da camada externa em relação ao substrato. Espera-se que quanto menores e melhor distribuídos os poros, para percentuais constantes, melhor seja o ancoramento da camada superficial externa da peça..

Através de uma análise da superfície lateral dos corpos de prova submetidos à tração procurou-se avaliar o comportamento da camada superficial quanto ao seu deslocamento e seu trincamento.

Na figura 54 são mostradas imagens da superfície lateral dos corpos de prova, logo abaixo da fratura por tração. Comparando as duas condições das amostras produzidas com o pó de ferro reduzido (*fotos -a e -b*) vê-se que na condição de baixa densidade não ocorreram trincas na camada superficial. Nas fotos referentes ao pó atomizado observa-se a freqüente ocorrência de trincas e deslocamento da camada de ferrox, mais intensa quanto maior a densidade.

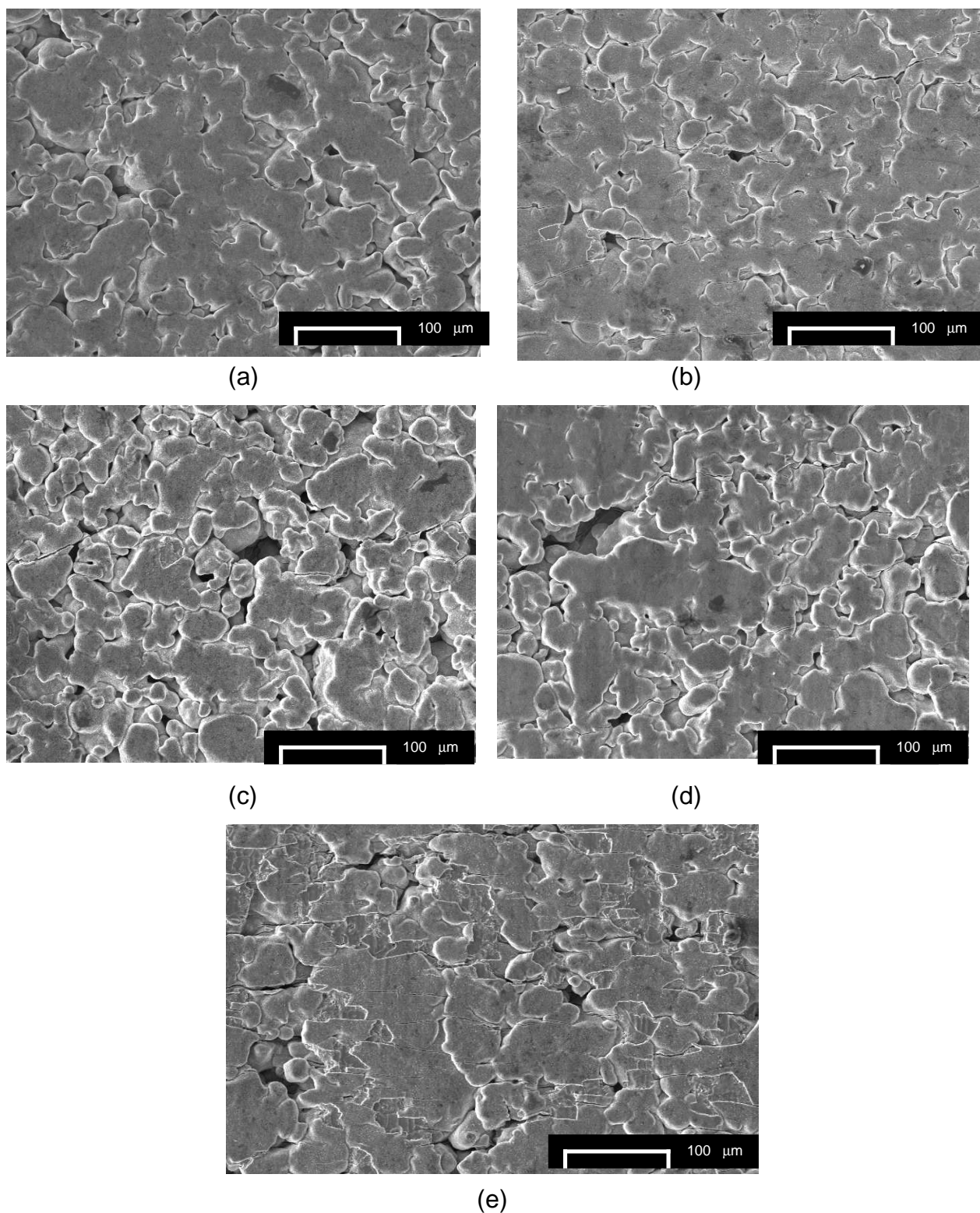


Figura 54 - Trincamento e deslocamento da camada superficial de ferro na lateral dos corpos de prova (MEV).

Pó reduzido (densidade): a) baixa; b) média ;

Pó atomizado (densidade): c) baixa; d) média; e) alta

É claro que esta constatação não reflete a situação dos deslocamentos, por exemplo, ocorridos em mancais ferroxidados, pois as amostras submetidas aos ensaios de tração, no presente trabalho, sofreram uma considerável deformação plástica, o que não é o caso daqueles componentes citados. De qualquer forma, fica evidenciada a influência da microestrutura do substrato na adesividade da camada ferrox.

No presente trabalho, para a avaliação da adesividade da camada ferroxidada superficial das amostras, foram realizados ensaios de esclerometria em amostras não submetidas ao ensaio de tração.

4.4 - TESTES DE ADESIVIDADE DE CAMADAS- ESCLEROMETRIA

A seguir apresentam-se os resultados obtidos nos ensaios de esclerometria.

4.4.1 - Parâmetros esclerométricos - Dureza ao risco.

A Dureza ao Risco (H_s) é uma representação da pressão média resistente a penetração, definida pela relação,

$$H_s = \frac{F_n}{A_n} = k_1 \frac{F_n}{L^2}, \quad (29)$$

onde: F_n - Força Normal máxima.

L - Largura do risco.

K_1 - Constante relacionada a geometria do indentador ($k_1 = 1$)

Os resultados obtidos para a Dureza ao Risco das amostras produzidas com os dois tipos de pós de ferro são apresentados na tabela 19 e na figura 55.

Tabela 19 - Resultados da Dureza ao Risco das amostras ferroxidadas.

	ANCORSTEEL 1000C			ANCOR MH-100		← DENS
	BAIXA	MÉDIA	ALTA	BAIXA	MÉDIA	
FORÇA (kgf)	6.79	7.13	7.62	7.13	7.15	
LARGURA DO RISCO (mm)	1.02	1.10	1.26	1.00	1.18	
H _s (kgf/mm ²)	6.53	5.89	4.80	7.13	5.13	

DUREZA AO RISCO

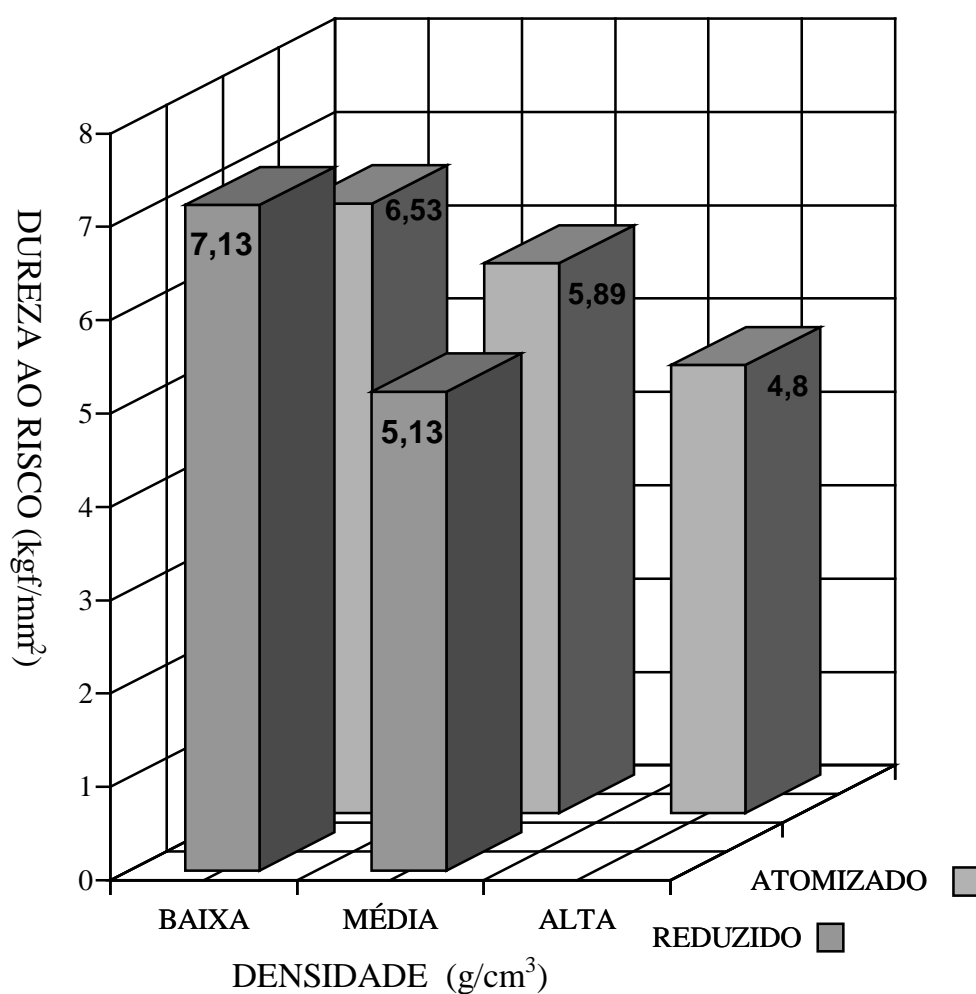


Figura 55 - Dureza ao Risco em função do nível de densidade das amostras e do tipo de pó de ferro utilizado.

Através do gráfico da figura 55, percebe-se que a dureza ao risco tende a diminuir com o aumento da densidade das amostras, tanto para as produzidas com o pó de ferro atomizado, como para as produzidas com o pó reduzido. Este resultado apresenta o mesmo comportamento observado nas medidas de dureza aparente, pois quanto maior a densidade inicial das amostras, maior é o ganho em peso, isto é, a quantidade de óxido introduzido pelo processo de ferroxidação.

4.4.2 - Análise das superfícies deformadas - Riscos.

Com o objetivo de avaliar a ocorrência de deslocamentos da camada de ferrox, nas amostras riscadas, as mesmas foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura.

As fotografias da figura 56, fornecem uma vista geral dos riscamentos, para cada uma das amostras em termos de nível de densidade e tipo de pó de ferro. Os índices das imagens referem-se à distância do deslocamento, sendo: 1- início do risco; 3 - centro do risco (região de maior carga); e 2 - a meia distância entre as posições anteriores.

A obtenção das fotografias foi realizada utilizando o detetor de elétrons retro-espalhados ou retrodifundidos, que gera uma imagem por diferenciação de composição química. Com isso identificamos três cores nas imagens das amostras riscadas: a)preta - poros; b)cinza - camada de ferrox; c) branca - ferro (substrato exposto).

Percebe-se um comportamento bastante diferenciado em algumas condições, como nas amostras produzidas com o pó reduzido com média densidade, na qual ocorreu uma apreciável remoção da camada de ferrox com exposição do substrato.

Cabe salientar, que a grande maioria das regiões brancas, nas fotos da figura 56, não representam deslocamentos da camada ferroxidada, mas sim o seu desgaste. Este fato evidencia-se nas fotografias da figura 57, na qual mostra-se a mesma região de uma das amostras, utilizando o detetor de elétrons retro-espalhados e o detetor de elétrons secundários.

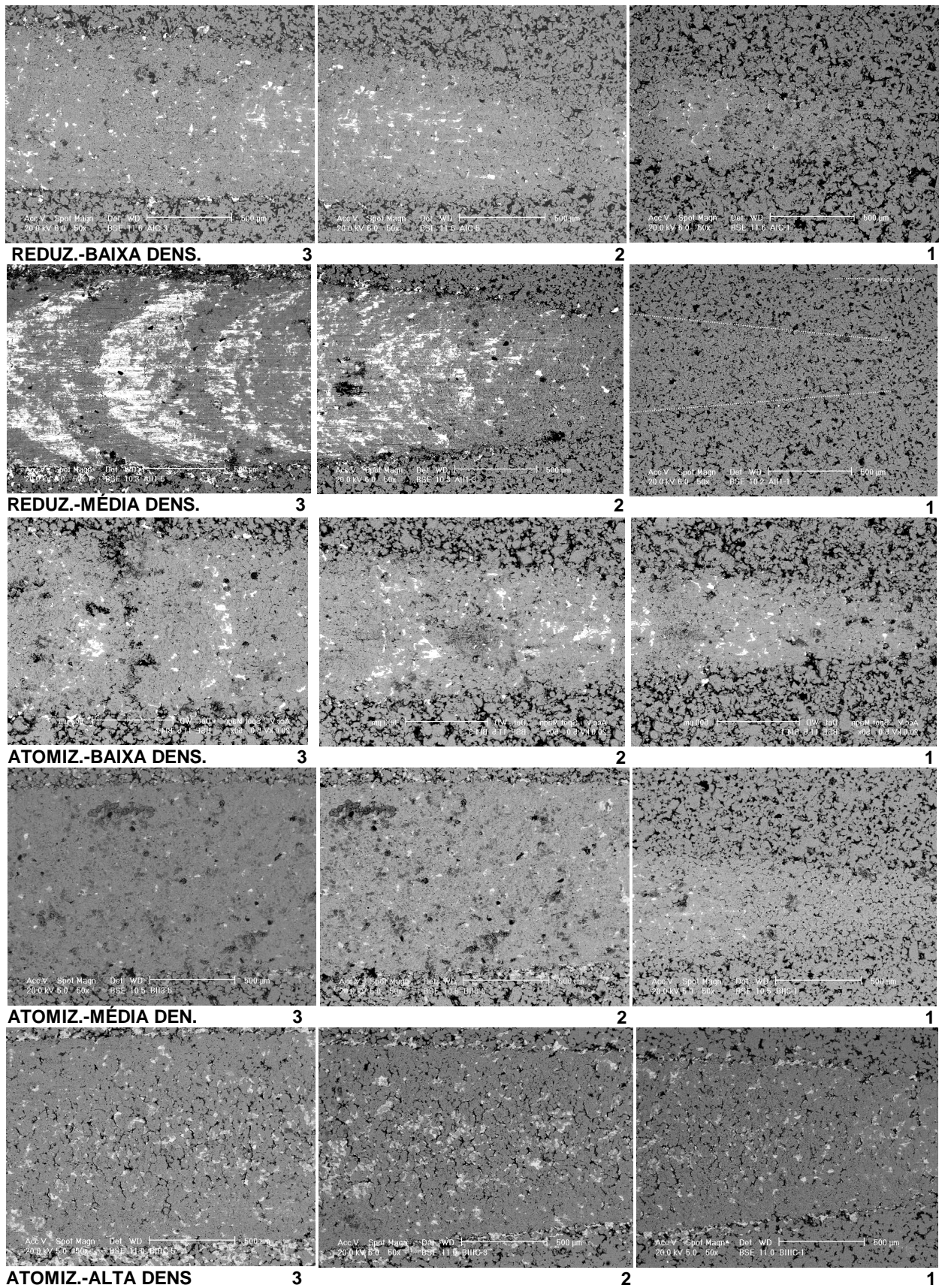
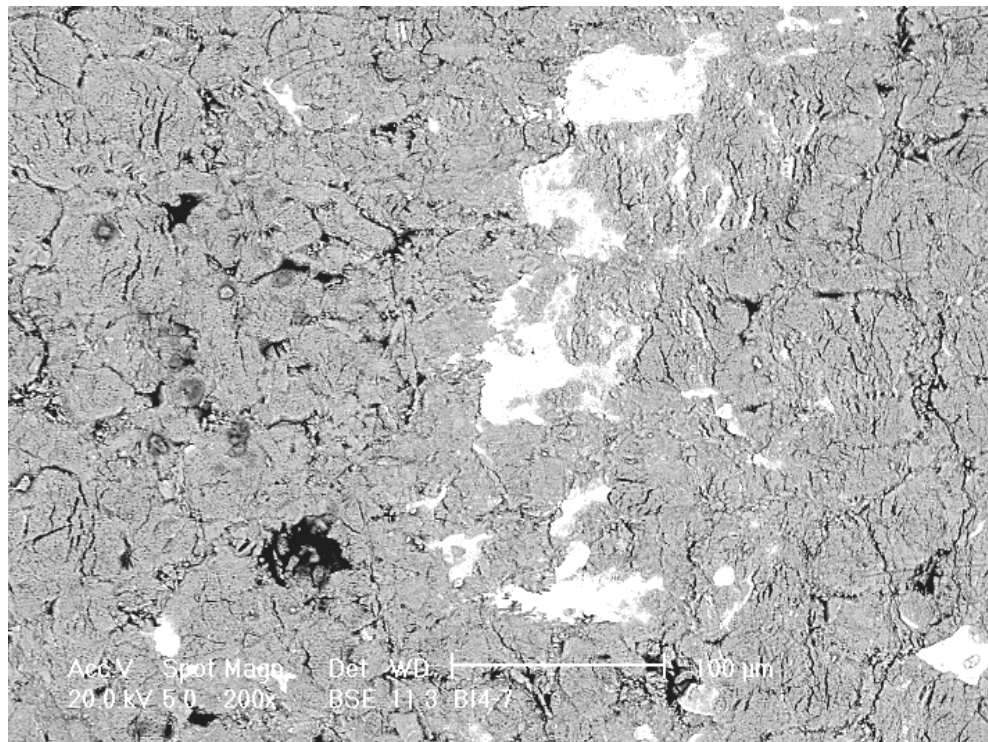
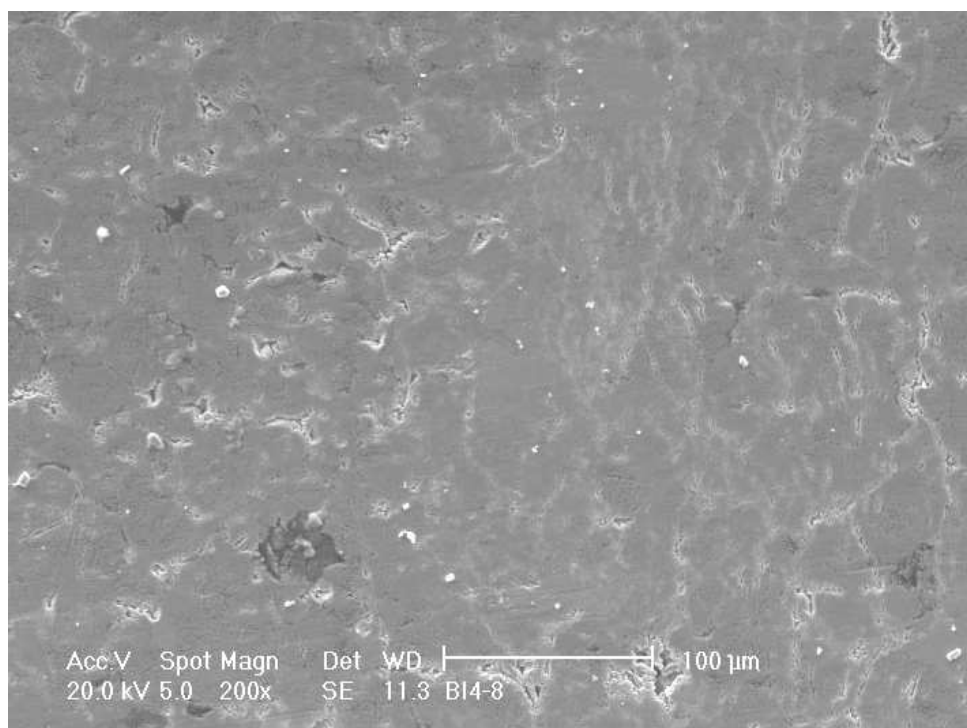


Figura 56 - Visão geral dos aspectos das regiões deformadas pelo indentador esférico (MEV).



(a)



(b)

Figura 57 - Detalhe evidenciando o desgaste da camada de ferrox onde se poderia imaginar o seu deslocamento (MEV). (a) elétrons retro-espalhados; (b) elétrons secundários.

Na figura 58 vê-se imagens (elétrons secundários), da interface dos riscos com a superfície não deformada pelo ensaio. Pode-se avaliar alguns aspectos nestas imagens.

Comparando as duas amostras produzidas com o pó de ferro reduzido (fotos a e b), percebemos que a superfície riscada apresenta-se polida, na amostra de baixa densidade, e com marcas de abrasão na amostra de média densidade. É perceptível, também, uma maior ocorrência de deslocamentos (indicados pelas setas vermelhas) na interface risco-superfície na amostra de média densidade.

Levando em conta, a maior ocorrência de deslocamentos na interface risco-superfície, o aspecto abrasionado da superfície riscada, e o aspecto geral do risco (fig. 56), concluiríamos que, das duas condições de amostras produzidas com o pó de ferro reduzido, as amostras de média densidade apresentaram uma maior tendência ao deslocamento da camada superficial de ferro.

Analisando as fotografias das amostras produzidas com o pó de ferro atomizado (fig. 58 *c, d, e*), observa-se que nenhuma das três condições apresenta um aspecto abrasionado na superfície do risco. As amostras de baixa e média densidade, apresentam esta superfície com aspecto polido. Na amostra de alta densidade a superfície do risco apresenta a ocorrência de deslocamentos da camada de ferro (setas vermelhas).

Os deslocamentos na interface risco-superfície, não ocorrem nas amostras de baixa densidade, ocorrendo nas de média densidade, e com maior frequência e magnitude nas amostras de alta densidade, produzidas com o pó de ferro atomizado.

Do exposto acima, poderíamos concluir que, das três condições das amostras produzidas com o pó de ferro atomizado, as amostras de baixa densidade apresentaram os melhores resultados, pois não sofreram deslocamentos nem abrasão. No entanto, observando-se o aspecto geral do risco (fig 56) desta condição, percebe-se que ela foi mais suscetível ao desgaste, que as amostras de média e alta densidade.

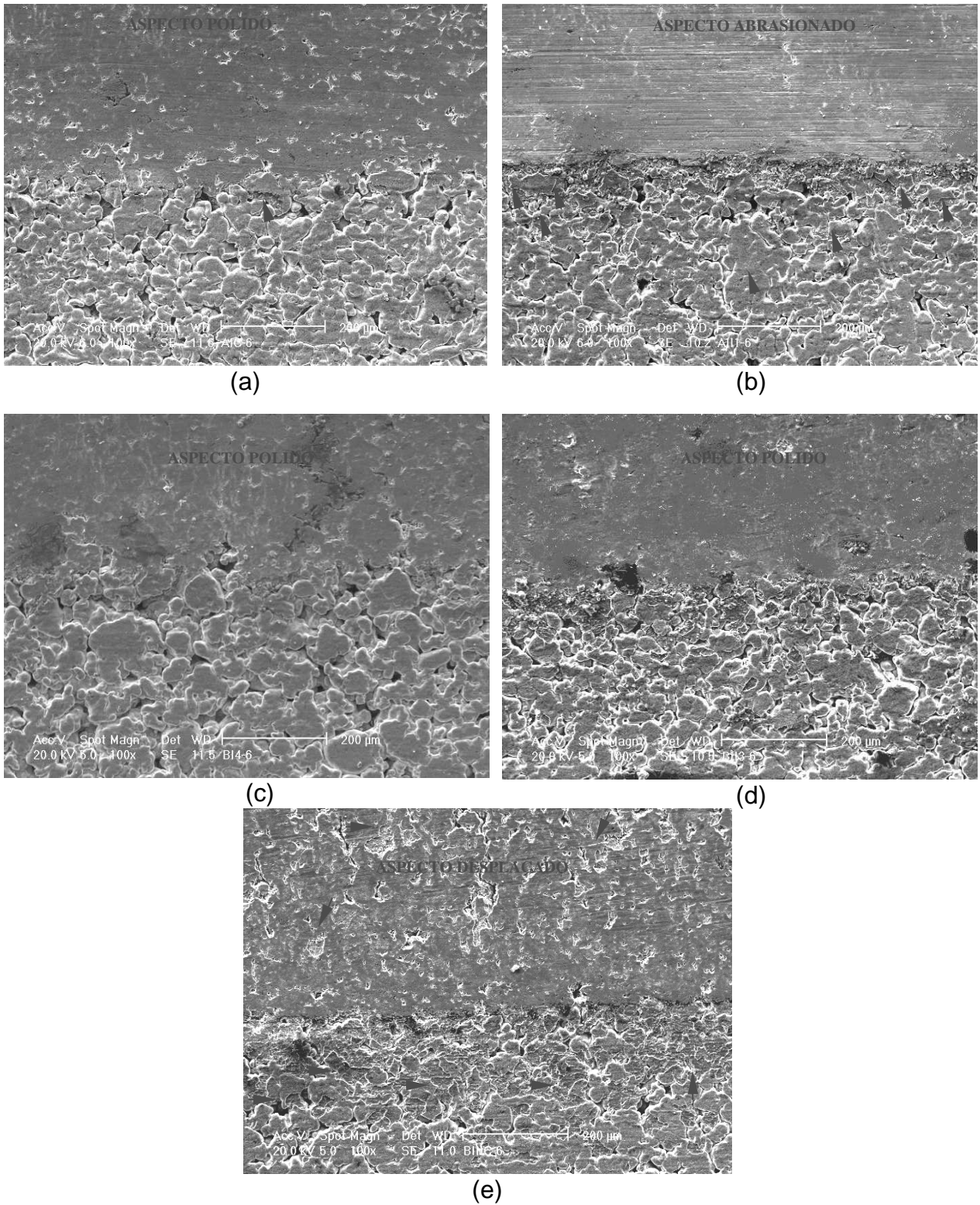


Figura 58 - Regiões da interface risco-superfície das amostras ferroxidadas(MEV).

Portanto, concluí-se que, tendo em vista o aspecto de deslocamento da camada de ferro, das amostras produzidas com o pó de ferro atomizado, a amostra de baixa densidade apresentou o menor resultado. Mas, numa análise mais ampla, considerando os aspectos de desgaste, a condição de média densidade seria a melhor.

Considerando os dois tipos de pó de ferro utilizados, comparando-se as amostras de média densidade, produzidas com os mesmos, percebe-se uma grande diferença entre os resultados.

Principalmente com relação ao aspecto da superfície riscada, que se apresenta abrasionada, nas amostras produzidas com o pó de ferro reduzido, e polida, nas produzidas com o pó atomizado (fig. 58). Ainda, no aspecto geral do risco (fig. 56), percebe-se que a amostra de média densidade produzida com o pó de ferro reduzido, é muito mais sujeita ao desgaste da camada de ferro do que a produzida com o pó de ferro atomizado.

4.4.3 - Considerações finais.

Como já comentado, os testes de adesividade da camada ferroxidada, realizados neste trabalho, tiveram um objetivo de estudo preliminar, avaliando uma determinada condição de teste e o próprio equipamento, haja visto, tratar-se de uma temática nova para os Grupos de Pesquisa envolvidos no trabalho.

Ainda assim, pôde-se comprovar, com base nos resultados obtidos, que a microestrutura do ferro sinterizado, isto é, o tamanho dos poros, a distribuição do tamanho da porosidade, e a morfologia dos poros, influí significativamente na adesividade da camada ferroxidada.

Quanto as condições do ensaio, conclui-se que a profundidade de riscamento, utilizada neste trabalho, foi excessiva.

Para a realização de novos trabalhos sobre a adesividade deste tipo de camada superficial, sugerem-se a realização de alguns testes para definir uma profundidade mais adequada.

Além disso, verificou-se a necessidade dos recursos de aquisição dos sinais acústicos, estarem efetivamente calibrados, de modo a permitir a determinação da carga crítica para perda de adesividade da camada.

Concluindo, pode-se adiantar que já encontra-se em desenvolvimento uma dissertação de mestrado cujo tema trata, de maneira sistemática, da influência da porosidade sobre a adesividade da camada ferroxidada em ferro sinterizado.

5 - CONCLUSÕES.

Dentro dos objetivos, de avaliar a Influência do Processo de Ferroxidação Sobre as Propriedades de Ferro Sinterizado, sintetiza-se as seguintes conclusões.

1 - O nível de oxidação atingido por uma amostra de ferro sinterizado (representado pelo seu “ganho em peso”) é função de sua densidade inicial, sendo maior quanto menor a densidade inicial. Para amostras com o mesmo nível de densidade inicial, verifica-se que as obtidas com um pó de ferro produzido por atomização, atinge um ganho em peso maior do que amostras obtidas com um pó de ferro fabricado por redução.

2 - Para os níveis de densidade das amostras testadas, o processo de ferroxidação propiciou, sempre, um incremento nos valores absolutos do limite de resistência à tração e, uma diminuição no alongamento. O incremento da resistência a tração é maior para as amostras produzidas com o pó de ferro reduzido, bem como a diminuição do alongamento.

3 - A dureza aparente das amostras ferroxidadas é função de seu ganho em peso, portanto, de sua densidade inicial, sendo maior, quanto mais baixa a densidade inicial. Novamente, as amostras produzidas com o pó de ferro reduzido, atingiram valores de dureza aparente maiores.

4 - Verifica-se que a adesividade da camada superficial de magnetita, produzida pelo processo de ferroxidação em amostras de ferro sinterizado, é função da microestrutura porosa do substrato. Conclui-se que as amostras de média densidade, produzidas com o pó de ferro atomizado apresentam um melhor desempenho quanto a adesividade da camada superficial.

6 - SUGESTÕES.

Como continuidade dos trabalhos de pesquisa sobre o processo de ferroxidação de ferro sinterizado sugere-se duas linhas principais.

1 - Um estudo sistemático, com amostras de porosidade controlada, da influência da microestrutura porosa sobre a adesividade da camada superficial de ferro. O que, na realidade, já se encontra em andamento em outro trabalho de dissertação.

2 - Um estudo sobre os parâmetros do processo de ferroxidação, procurando identificar a influência destes, sobre a morfologia da camada óxida, associada a uma análise do desempenho, destas morfologias, quanto à resistência ao desgaste.

REFERÊNCIAS

BEISS, P., "Steam Treatment of Sintered Parts", in World Conference on Powder Metallurgy, pp 488-496, 1990.

BOCCHINI, G., F., GALLO, A., MONTEVECCHI, I., in La Metallurgia Italian, No 3, pp 180-187, 1983.

BOCCHINI, G., F., SINAGRA, C., in La Metallurgia Italiana, No 2, pp 111-121, 1986.

EGGLESTON, J.,H. and FISHER, R., D., "Steam Treatment of Iron Powder Metal Parts", National Powder Metallurgy Conference Proceedings, MPIF, Progress in Powder Metallurgy, Vol 38 pp 613-619, Princeton, NJ, 1982.

FRANKLIN, P. and DAVIES B., L., "The Effects of Steam Oxidation on Porosity in Sintered Iron", in Powder Metallurgy, No 1, pp 11-16, 1977.

GALLO, A., SERGI, V., "Cinetica dell ossidazione a vapore di materiali porosi a base ferro", XXI Congresso AIM, pp 609-619, Bologna, 1988.

GALLO, A., SERGI, V., SINAGRA, C., "Influenza dell ossidazione a vapore sulla rugosità di materiali sinterizzati di varia composizione", in Convegno AIM-AMME: Tribologia. Attrito usura e lubrificazione, Sorrento, 7-9 outubro, 1987.

HANSEN, M., Constitution of Binary Alloys, pp 684, McGraw-Hill, NY, 1958.

KOMVOPOULOS, K., SAKA, N. and SUH, N., P., "The Significance of Oxide Layers in Boundary Lubrication", in Journal of Tribology, outubro, Vol. 108, pp 502-512, 1986.

LEDOUX, L., PRIOUL, C. and FRANCOIS, D., "Mechanical Behavior of Steam-Treated Sintered Iron", in World Conference on Powder Metallurgy, pp 353-358, 1990.

MOLINARI, A., et al., (1986) "Study of the oxide layers obtained by steam treatment on iron sintered to different densities", in Horizons of Powder Metallurgy, Ed. W. A. Kaysser e W.J. Huppmann, Verlag Schmid GMBH Freiburg, Germany.

NOGUEIRA, R. E. F. Q., De MELLO, J. D. B.; (1988) "Esclerometria Aplicada ao Estudo de Desgaste Abrasivo", Anais do XLIII Congresso Anual da ABM, Belo Horizonte.

NORMAS MPIF 05; ASTM B 214; ISO 4497; MPIF 03; ASTM B 213; MPIF 04; ASTM B 212; MPIF 45; ASTM B 331; MPIF 10; ISO2740; ASTM E8.

ORZESKE, P., J., "You Can Improve P/M Part Quality with Time-Proven Steam Treatment", in Powder Metallurgy International Vol. 19, No 4, pp 45-46, 1987.

ORZESKE, P., J., "Steam Treatment Improves P/M Part Quality", in Industrial Heating, may, pp 34-37, 1986.

PEASE III, L. F., COLLETE, J. P. and PEASE D. A., "Mechanical Properties of Steam Blackened P/M Materials", in Modern Develop Powder Metal, Vol 21, pp 275-299, MPIF/APMI, Princeton, NJ, 1988.

RAZAVIZADEH, K. and DAVIES, B. L., "Influence of Powder Type and Density of on Pore Closure and Surface Hardness Changes Resulting from Steam Treatment of Sintered Iron", in Powder Metallurgy No 4, pp 187-192, 1979.

RAZAVIZADEH, K. and DAVIES, B.,L., "The Effects of Steam Treatment on the Wear Resistance of Sintered Iron and Fe-Cu Alloys", in Wear No 69, pp 355-367, 1981.

SINKA, V., SLADIK, S., in Pokroky Praskovej Metalurgie VUPM, No 4, pp 43-51, 1989.

Sumitomo Electric Industries Ltda em Itami, Japão, "Steam-Treatment of Sintered Steels", in MPR, outubro, pp 528-530, 1982.

VÁRIOS AUTORES, "Effect of Steam Treatment on Sintered Iron", in MPR, Novembro, pp 744-746, 1990.

VOLENIK, K. et al., "Structure of Oxidation Products of Sintered Steel in Superheated Steam", in Powder Metallurgy, No 3, pp 149-154, 1978.